

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE DIJON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE DIJON
(MENTION SCIENCES)

par

M. Maurice MARTRAIRE

Ingénieur des Industries Agricoles

**1^{re} THÈSE. — Contribution à l'étude de quelques
procédés nouveaux appliqués en
distillerie de betteraves.**

2^e THÈSE. — Propositions données par la Faculté.

Soutenues le

devant la Commission d'examen :

MM. A. MEYER, *Président.*

BOUTARIC

LOMBARD

J. PERARD

} *Examineurs*

ANNECY

IMPRIMERIE L. DÉPOLLIÉ & Cie

1939



Digitized by the Internet Archive
in 2026

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ DE DIJON

pour obtenir

LE TITRE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE DIJON
(MENTION SCIENCES)

par

M. Maurice MARTRAIRE

Ingénieur des Industries Agricoles

**1^{re} THÈSE. — Contribution à l'étude de quelques
procédés nouveaux appliqués en
distillerie de betteraves.**

2^e THÈSE. — Propositions données par la Faculté.

Soutenues le

devant la Commission d'examen :

MM. A. MEYER, *Président.*

BOUTARIC
LOMBARD
J. PERARD

} *Examineurs*

ANNECY
IMPRIMERIE L. DÉPOLIER & Cie

1939

FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE DIJON

Administration

MM. BUGNON, Doyen ; LAGRANGE, Assesseur ; VIAN, Secrétaire.

MM. BATAILLON, RECOURA, Doyens honoraires.

MM. METZNER, TOPSENT, VOISENET, Professeurs honoraires.

Professeurs

MM. LAGRANGE, *Calcul différentiel et intégral, Mathématiques générales.*

GEVREY, *Mécanique rationnelle et appliquée.*

BOUTARIC, *Physique générale et Chimie physique.*

LOMBARD, *Chimie générale et minérale.*

MEYER, *Chimie organique et Chimie appliquée.*

DENIS, *Zoologie et Physiologie animale.*

BUGNON, *Botanique et Biologie végétale.*

CHAPUT, *Géologie, Géographie physique et Minéralogie.*

SIMON, *Physique P. C. B. et Physique industrielle.*

Maître de Conférences Adjoint

M. BELLET, *Chimie.*

Chargés de Cours complémentaires

MM. LEBEL, Docteur ès-sciences, *Mathématiques générales.*

BOUCHARD, Docteur ès-sciences, *Physique industrielle.*

HAGENE, Docteur ès-sciences, *Botanique agricole.*

CIRY, Assistant, *Minéralogie et Géologie agricole.*

Chef de Travaux

M. DOLADILHE, Docteur ès-sciences, *Physique.*

Assistants

M. AMIOT, *Physique générale.*

Mme GUYARD, *Chimie générale.*

Mlle MATHÉY, *Chimie appliquée.*

Préface

Au cours de ces dernières années, un certain nombre de questions ont retenu l'attention des milieux de la distillerie de betteraves.

Deux, en particulier, sont au premier plan des préoccupations des techniciens :

a) Le « plus sucre » ou excédents d'extraction de sucre soi-disant réalisés par certains procédés de diffusion ;

b) Les raisons pour lesquelles la fermentation des jus sucrés diffusés en milieu acide est plus facile, plus rapide, d'un meilleur rendement que celle des jus diffusés en milieu neutre.

Dans le but d'apporter à l'étude de ces questions une contribution nouvelle, M. Pérard, Professeur à l'Ecole Centrale, Conseiller technique du Syndicat de la Distillerie Agricole, nous a tracé un programme de recherches portant sur le dosage du sucre dans la betterave, le dosage de l'alcool, l'inversion des jus sucrés par l'acide sulfurique, la fermentation alcoolique de ces jus partiellement invertis.

Ce sont la genèse, l'histoire, l'exposé et les conclusions de ces recherches qui font l'objet du présent travail.

Avant d'entrer dans le détail de notre exposé, nous exprimons notre profonde reconnaissance à notre Maître, M. le Professeur Pérard pour la grande bienveillance qu'il nous a témoignée lors de nos recherches, pour les savants conseils qu'il nous a donnés et pour ses hautes directives qui ont guidé nos essais.

Nous prions M. le Professeur A. Meyer, MM. les Professeurs Boutarie et Lombard d'agréer nos sentiments de respectueuse gratitude pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant d'examiner ce travail et de présider cette thèse.

TABLE DES MATIÈRES

Introduction. — Objet des travaux historiques	9
I. — Dosage du sucre dans la betterave	19
Remarques sur la méthode indirecte. Influence de la texture de la râpée. Action de l'insoluble. Influence de la concentration en sucre. Adsorption du sucre par l'insoluble. Conclusions.	
II. — Dosage de l'alcool	43
Dosage par distillation. Influence du CO_2 dissous et de l'air. Dosage par les méthodes chimiques. Influence des différents facteurs sur le résultat.	
III. — Inversion des jus de betteraves par SO_4H^2	54
Influence de l'acidité, de la température du temps de chauffage, de la concentration en sucres, Conclusions appliquées à la pratique de la distillerie.	
IV. — Influence de l'inversion partielle du saccharose des jus de betteraves sur la marche de la fermentation ..	68
Généralités. Comparaison de la fermentation d'un même moût inverti et non inverti. Influence de la proportion de saccharose d'inverti sur la marche et le résultat de la fermentation. Transformations subies par les sucres du moût au cours de la fermentation.	
Essais comparatifs de fermentation sans moûts glucosés.	
Résultats des Essais	95
Conclusions	96

Contribution à l'étude de quelques procédés nouveaux appliqués en distillerie de betteraves

Introduction

A. — OBJET DES TRAVAUX

Les auteurs de certaines techniques de diffusion de la betterave assurent que leur procédé *permet d'extraire plus de sucre qu'il n'en a été dosé dans la betterave diffusée.*

Deux hypothèses peuvent expliquer cet excédent :

1° Formation de composés sucrés fermentescibles pendant la diffusion réalisée dans des conditions particulières ;

2° Résultats de l'analyse du sucre dans la betterave en défaut. Dans ces conditions, l'extraction complète réalisée dans les appareils industriels fera apparaître un excédent.

Ainsi, pour porter un jugement sur les procédés qui sont présentés comme conduisant à l'extraction d'un supplément de sucre, il faut être certain que l'*analyse* telle qu'on la *pratique actuellement donne un résultat précis réel, indiscutable.*

L'analyse du sucre dans la betterave se fait soit d'une façon indirecte en partant du jus de pression de la râpüre, soit en diffusant dans des conditions bien précisées un poids de betterave. Les résultats obtenus par les deux méthodes sont différents.

Nous en recherchons les causes et nos essais nous amènent à penser que les divergences sont dues aux phénomènes d'adsorption.

Ensuite, nous étudions la méthode analytique par digestion aqueuse en flacon jaugé. Les différents facteurs pouvant influencer sur le résultat sont examinés séparément : texture de la râpüre, action du marc et de l'insoluble, du déféquant, de l'absorption.

De nos essais, il paraît résulter que la méthode d'analyse par digestion aqueuse donne un résultat très approché de la richesse réelle si la pulpe soumise à l'analyse est très divisée, si l'insoluble occupe un volume déterminé et si la verrerie est jaugée correctement.

Si ces conditions ne sont pas réalisées, le résultat trouvé sera en défaut et le bilan de l'extraction fera apparaître du *plus sucre*.

En distillerie, cette discordance dans les bilans de fabrication se trouve accentuée par le fait que l'alcool calculé d'après les analyses effectuées sur les vins fermentés avant distillation (méthode officielle) conduit *toujours* à des quantités inférieures à celles effectivement obtenues en travail industriel.

Dans le chapitre II, nous recherchons la cause de ces anomalies et, comme pour le dosage du sucre, nous avons été amené à étudier le dosage de l'alcool dans les jus fermentés.

Depuis quelques années, un nouveau procédé de fermentation par reprise des levures rencontre un grand succès en distillerie de betteraves. Dans les grandes lignes, il consiste à centrifuger le contenu des cuves dans lesquelles la fermentation est terminée, avant distillation, pour en extraire les levures en vue de les réintroduire dans le jus de diffusion.

L'avantage du procédé est évident. Le moût estensemencé à la concentration cellulaire optimum dès son arrivée en cuverie, ce qui entraîne une fermentation rapide et sûre. D'autre part, le fait de remettre en circuit les mêmes cellules entraîne l'économie des matériaux de constitution.

En outre, la centrifugation des vins fermentés conduit à séparer mécaniquement les bactéries (butyriques ou lactiques) des levures plus denses, ce qui constitue une épuration très active.

L'ensemble de ces avantages conduit à une augmentation de rendement alcool-sucre.

Il est apparu, à la mise en application du procédé, que si en distillerie où la diffusion se fait en milieu acide (pH compris entre 3 et 4), et où les résultats obtenus ont toujours été ceux escomptés, il n'en était pas de même en sucrerie-distillerie où la réalisation se heurta à quelques difficultés.

Or, la sucrerie extrait ses jus en milieu neutre (pH 6,4 à 6,8), pour écarter tout danger d'inversion.

Cette remarque nous a amené à étudier l'action de l'acide sulfurique sur les jus de betteraves en fonction de la concentration en acide, de la température et du temps de chauffage.

L'inversion d'une partie du saccharose étant la règle dans les jus de diffusion produits en milieu acide, il importait de rechercher l'influence de cette inversion partielle sur la marche ultérieure de la fermentation.

A cet effet, ont été étudiées successivement l'influence de l'inversion partielle du saccharose sur l'activité, la prolifération, les pouvoirs ferments et végétatifs de la levure et sur le rendement alcool-sucre.

B. — HISTORIQUE

Les différentes questions traitées au cours de ce travail ont donné lieu à des travaux antérieurs nombreux.

1° Dosage du sucre dans la betterave.

Les premiers essais de dosage du sucre dans la betterave ont été faits par MARGRAFF (1762), DUBRUNFAUT (1825), PELOUZE (1832), PAYEN (1839).

Ils consistaient à peser un poids de racine, à le sécher jusqu'à constance du poids et à l'épuiser par l'alcool fort.

Le poids du ligneux sec résiduel retranché du poids de betterave séchée donnait la richesse en sucre.

PÉLIGOT faisait cristalliser le sucre par évaporation sous vide de la solution alcoolique.

La découverte de la polarisation rotatoire par MALUS (1811) et son application à l'étude des sucres par BIOT (1833-1843) conduisit à l'élaboration de nouvelles méthodes.

SOLEIL (1842) inventait son saccharimètre et recevait un prix créé par la Société d'Encouragement pour l'industrie nationale.

La technique adoptée à cette époque pour l'extraction des jus de la betterave, râpage suivi de pressions, fait que les méthodes d'analyses employées sont généralement indirectes et qu'elles donnent le sucre % de betteraves en multipliant par un coefficient — 0,95 — le sucre contenu dans 100 gr. de jus.

Les anomalies observées conduisent à rechercher la proportion exacte du jus contenu dans la racine,

VIVIEN (1), GIRARD (2), SACHS (3) remarquent que la densité et la richesse en sucre du jus diminuent très rapidement dès que la quantité de jus extrait et la pression d'extraction augmentent.

SIDERSKY (4) indique que si la betterave à sucre contient normalement 95 % de jus, ce jus est plus pauvre que celui obtenu par pression de la râpura soumise à l'analyse.

L'analyse faite en partant du jus de pression ne peut donc conduire qu'à un résultat inexact.

Des travaux récents de H. COLIN (5) établissent que, malgré l'uniformité de la pression osmotique à l'intérieur de la racine, la richesse saccharine du parenchyme et des faisceaux est différente.

Le parenchyme interstitiel renferme plus d'eau, plus de cendres et beaucoup moins de saccharose que le tissu vasculaire. Ceci explique que le jus obtenu par pression est de composition variable suivant la proportion de contenu cellulaire de l'une ou de l'autre partie.

Entre temps, à la suite des travaux de DUTROCHET (1825) sur l'osmose, la diffusion en distillerie est étudiée en 1832 par MATHIEU DE DOMBASLE (6) et DUBRUNFAUT en 1854 (*Le Sucre*).

En 1849, GRAHAM (7) exécute ses travaux sur la dialyse.

En 1876, QUAREZ monte en France la première diffusion industrielle.

Cette nouvelle technique dans l'extraction des jus en usine donne naissance à de nouvelles méthodes de dosage du sucre dans la racine.

SCHEIBLER, en 1878, préconise une extraction à l'alcool.

Ce procédé a suscité toute une série d'autres méthodes qui sont autant de variantes : SIXKEL, SOXHLET, RAPP DEGENER (1882), STAMMER (1883).

On considèrerait alors que les méthodes alcooliques donnaient des résultats exacts.

A cette époque, H. PELLET fit une constatation expérimentale importante en établissant que la pulpe macérée à l'eau chaude donnait naissance à des composés dextrogyres, insolubles dans l'alcool et complètement précipitables par le sous-acétate de plomb.

(1) VIVIEN. — *Sucrierie indigène*, 1884.

(2) GIRARD. — 1884, *Bull. Assoc. Chim.*

(3) SACHS. — 1884, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 121.

(4) SIDERSKY. — 1886, *Bull. Assoc. Chimistes*.

(5) COLIN H. — *Bull. Assoc. Chim.*, 1924, p. 452.

(6) Mathieu de DOMBASLE. — *Bull. Macération*, 1882.

(7) GRAHAM. — 1876, *Ann. Phys. et Chim.*

Il tira parti de ces observations pour mettre au point, de 1884 à 1894, la méthode de digestion aqueuse qui porte son nom et qui rapidement s'est substituée aux autres.

Une Commission ministérielle belge l'a rendue officielle en 1893 (*Sucrierie Belge*, octobre 1893).

La méthode a été perfectionnée en 1907 par Saillard par l'adoption d'une digestion à chaud en deux temps.

Toutefois dans les méthodes au ballon jaugé, les volumes occupés par le marc et le précipité plombique ont une influence sur le résultat de l'analyse. Pellet avait fixé un volume de 0 cc. 80 pour le poids normal français de 16 gr. 29.

Ce chiffre a fait l'objet de nombreuses recherches.

SPENGLER et BRENDL (8) trouvent 1 cc. 3.

STANEK et VONDRAK (9) donnent le chiffre de 0 cc. 98.

SPENGLER (10) indique que la détermination du volume du marc conduit à constater que les volumes de marc adoptés jusqu'à présent pour les méthodes de dosage du sucre (méthodes du ballon jaugé) *sont trop faibles*.

D'autre part, l'absorption du sucre par le marc et le précipité plombique a été signalée par de nombreux auteurs.

KRÖCKER signale en 1892 que la substance cellulaire peut absorber du sucre.

PELLET, en 1898 (11), indique que le précipité plombique retient du sucre.

Pour éliminer l'influence du volume occupé par le marc, SACHS, LE DOCTE et HERZFELD préconisent une méthode indirecte qui consiste à ajouter à un poids donné de pulpe, un volume déterminé de liquide diffusant.

Le volume du liquide de digestion ne dépend ainsi qu'indirectement du volume occupé par le marc.

Tout récemment, en 1933, le dosage du sucre dans la betterave a fait l'objet d'une très intéressante étude de la part de CARBONI (12).

2° Dosage de l'alcool.

Les premières études d'alcoométrie datent de 1790 et 1794. Elles ont été faites par BLAGDEN et GILPIN.

(8) SPENGLER et BRENDL. — *Zeitschr. Ver. Deut. Zuck.*, 1909, p. 630.

(9) STANEK et VONDRAK. — *Cecoslov. Vereinszeit.*, 1926-1927, p. 280.

(10) SPENGLER. — *Zeit. Wirtsch.*, oct. 1937.

(11) PELLET. — *Bull. Assoc. Chim.*, 1898, p. 354.

(12) CARBONI. — *Ind. Sacc. Italiana*, 25 nov. 1933.

Un peu plus tard, en 1811, elles ont été reprises en Allemagne par TRALLES.

En 1824, GAY-LUSSAC fait une série de travaux qui sont à la base de l'alcoométrie officielle française actuelle. (L'emploi de l'alcoomètre centésimal de GAY-LUSSAC a été rendu obligatoire par la loi du 8 juillet 1881).

Si la méthode de dosage de l'alcool par distillation et densimétrie a été trouvée pendant longtemps satisfaisante pour l'analyse des vins, elle s'est par contre révélée en défaut dès l'établissement du contrôle chimique sérieux en distillerie où elle conduisait à trouver moins d'alcool au laboratoire qu'en usine.

BOIDIN après des recherches poursuivies de 1903 à 1914 établit que la différence vient de la perte d'alcool provoquée par la saturation des gaz dissous et de l'air de l'appareil qui s'échappent sans être condensés au début de la distillation.

Quelles que soient les précautions prises, la différence entre l'alcool réel et l'alcool recueilli est de l'ordre de 5 à 6 %.

Depuis longtemps des méthodes chimiques sont proposées pour le dosage de l'alcool.

La plus ancienne paraît être celle de REISCHAUER (13) qui utilisait le mélange de bichromate de potasse et d'acide sulfurique pour oxyder l'alcool. Le bichromate en excès était réduit par le sulfate ferreux lequel était titré par le permanganate.

La méthode est reprise et perfectionnée successivement par HEHNER (1887), BÉNEDIKT et MORRÈS (1898).

COTTE (14) introduit le dosage du bichromate en excès par le sulfate ferreux avec touche au ferriocyanure de K.

MARTIN (15) publie en 1903 sa méthode actuellement classique.

Il la perfectionne en 1925 (4^e Congrès de Chimie Industrielle, Paris).

Le mérite principal de cette méthode est d'éviter la perte par distillation en dirigeant les vapeurs alcooliques dans le mélange oxydant.

En 1925, MARTINI et NOURRISSON (16) proposent une variante qui consiste à titrer l'excès de bichromate par iodométrie, ce qui supprime la touche.

LABOURASSE, en 1932 (17), recommande de préparer des

(13) REISCHAUER. — *Ding. Poly., Jour.*, 1862.

(14) COTTE. — *Thèse Pharmacie Montpellier*, 1897.

(15) *Moniteur du Dr Quesneville*, 1903, p. 570.

(16) MARTINI et NOURRISSON. — *Ann. Fal.*, 1925, p. 285.

(17) LABOURASSE. — 1932, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 56.

solutions équimoléculaires de bichromate et d'hyposulfite en vue d'éviter tout calcul d'analyse.

A l'usage ces différentes méthodes ont conduit à des résultats discordants et il est apparu qu'il était nécessaire de fixer avec précision le mode opératoire à adopter.

De même il était utile d'étudier le mécanisme et l'importance des pertes d'alcool par saturation des gaz incondensables dans la distillation au laboratoire en fonction des différents facteurs qui peuvent les influencer.

C'est l'objet du chapitre II.

3° Inversion des jus de betteraves par l'acide sulfurique.

Jusqu'à ces dernières années, on considérait que l'inversion du saccharose en solution, par les acides étendus, suivait la loi WILHELMY (18) :

$$t = \frac{1}{m} \log \frac{S}{s}$$

S = quantité de sucre à l'origine dans 100.

s = quantité de sucre au bout du temps t.

m = coefficient dépendant de l'acide et indépendant de S.

$$m = a \times n$$

a = concentration de l'acide en molécules grammes.

n = quantité de sucre inverti dans l'unité de temps par l'unité de concentration de l'acide contenu dans une solution contenant l'unité de poids de sucre.

D'après OSTWALD (19) n = pour l'acide sulfurique 11,7.

Il semblait que la vitesse initiale d'hydrolyse fut proportionnelle à la fois à la concentration en sucre et en acide et que cette vitesse restât invariable pendant toute la réaction.

En 1897, COHEN (20) mettait en doute l'exactitude de la proportionnalité.

MORAN et LEWIS (21) observèrent une importante variation de la constante de WILHELMY de 1,21 à 2,30 quand la teneur en sucre augmente de 1 à 70 gr. pour 100 cc.

En 1927, COLIN et Mlle CHAUDUN (22), à la suite d'essais méthodiques, arrivent aux conclusions suivantes :

(18) WILHELMY. — *Pogg. Ann.*, 1^o S. T. 81, p. 413.

(19) OSTWALD. — *Journ. f. prakt. Chem.*, II^o S. T. 29, p. 285.

(20) COHEN. — *Zeit. Phy. Chim.*, t. 23, 1897, p. 412.

(21) MORAN et LEWIS — *Journ. of. Chim. Soc. of. London*, 1922, T. 121, p. 1613-1624.

(22) COLIN et CHAUDUN. — *Bull. Assoc. Chim.*, 1927, p. 400.

« Le rapport de la vitesse d'hydrolyse à la concentration en sucre augmente avec la teneur initiale en saccharose si le catalyseur est un acide fort ; il diminue dans le cas d'un acide peu dissocié.

« La vitesse d'hydrolyse augmente plus vite que la conductibilité dans le cas des acides très dissociés.

« Les variations de vitesse et de la conductibilité sont sensiblement parallèles pour les acides peu dissociés.

« Quel que soit le facteur de variation envisagé, les variations du pouvoir hydrolysant ne sont nullement parallèles à celles du pH électronique.

« Si on ajoute à ces résultats le fait que le rapport de la vitesse d'inversion au poids de sucre non hydrolysé ne reste pas rigoureusement constant au cours de l'hydrolyse, mais croît avec le temps, on a la preuve que le dédoublement du saccharose par les acides étendus ne saurait être considéré comme une réaction monomoléculaire due aux seuls ions hydrogène. »

Les mêmes auteurs (23) étudient en 1931 l'influence des sels neutres et concluent que : « Quel que soit le facteur de variation considéré, concentration en sucre ou en acide, addition d'un sel neutre, les variations de pH ne suivent pas celles de la constante d'hydrolyse. »

Enfin, en 1934, Mlle CHAUDUN (24) étudie la question dans son ensemble et indique que : « Si l'inversion du saccharose par les acides étendus est en relation étroite avec le pH du milieu, il s'en faut que la vitesse d'inversion soit rigoureusement proportionnelle à la concentration en ions H^+ , telle qu'on l'évalue en fonction du pH, par mesure électrométrique.

« Qu'il s'agisse de l'influence de la dose d'acide, de la teneur en saccharose, de l'action des sels neutres ayant ou non un ion commun avec l'acide catalyseur, les données de l'expérience conduisent à conclure qu'une variation de pH entraîne toujours une variation du pouvoir hydrolysant sans que les deux phénomènes soient liés l'un à l'autre par une relation simple.

« La variation du pouvoir hydrolysant surpasse celle qui exigerait sa proportionnalité à la concentration en ions hydrogène. »

Précédemment, H. COLIN (25) faisant état des résultats nou-

(23) COLIN et CHAUDUN. — 1931, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 389.

(24) CHAUDUN. — 1936, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 448 et *Congrès Inter. Tech. et Chim. Ind. Agric.*, Paris 1934.

(25) COLIN. — 1928, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 628.

vement acquis, étudiait les possibilités d'inversion des jus sucrés de betteraves en cours de fabrication et écrivait :

« Il est plus facile de tirer de la betterave le saccharose à l'état cristallisé que de transformer le jus de diffusion ou d'expression en sirop d'inverti.

« La raison est bien simple. L'acide sulfurique ajouté n'intervient comme tel qu'à partir du moment où les sels d'acides faibles, oxalates, malates, citrates, etc., sont décomposés en totalité ; auparavant ce sont ces acides qui agissent ; or tant qu'ils se trouvent en présence de leurs sels, leur pouvoir hydrolysant se réduit à peu de chose.

« On croyait jusqu'alors que l'hydrolyse du sucre par les acides obéissait à des lois simples.

« Il s'agissait, d'après les auteurs, d'une réaction monomoléculaire due aux ions hydrogène, la vitesse initiale V_0 étant proportionnelle à la fois à la concentration en sucre et à

$\frac{dx}{dt}$

—
dt

la dose d'acide, le rapport $\frac{dx}{a-x} = k$, de la vitesse d'inversion

à la quantité du sucre non transformé restant invariable au cours de la réaction.

« Si les choses se passaient ainsi, il est clair que la concentration du milieu en ions H donnerait la mesure exacte de son pouvoir hydrolysant, mais la réalité est bien différente.

« L'acidité ionique joue certes un rôle de premier ordre dans ces diverses opérations, mais d'autres influences peuvent se faire servir qu'on ne saurait négliger. *Le dernier mot appartient à l'expérience.* »

Ce sont ces expériences appliquées à l'étude de l'hydrolyse du saccharose contenu dans les moûts de distillerie de betteraves, dont l'extraction se fait en milieu acide, qui font l'objet du chapitre III du présent travail.

4° Influence de l'inversion partielle du saccharose des jus sucrés sur la marche de la fermentation.

Le saccharose qui n'est pas fermentescible ne peut être transformé par la levure qu'après avoir été hydrolysé soit par les acides, soit par la sucrase.

Dans ces conditions quelle est l'allure de la fermentation alcoolique dans les jus de betteraves contenant du saccharose et des quantités variables d'inverti ?

A notre connaissance, peu de travaux antérieurs ont été faits pour répondre à la question posée.

EFFRONT, en 1894 (26), dans une étude sur la fermentation des mélasses, remarque que les difficultés rencontrées proviennent presque toujours d'une insuffisance de l'action inversive de la levure.

BARBET (27), en 1896, constate qu'au début de la fabrication de l'alcool de betteraves, la fermentation alcoolique des moûts est souvent difficile et il en attribue la cause à l'action trop lente de la sucrase agissant dans un milieu à la fois trop acide et trop froid. (Optimum des conditions d'action de la sucrase : température = 55-56°, acidité = 0 gr. 05 de SO^4H^2 par litre. FERNBACH (28).

Il émet de plus l'hypothèse que le jus de diffusion contiendrait une diastase ayant pour fonction de condenser en saccharose les deux molécules de sucre inverti.

La quantité d'inverti présent dans le jus en cours de fermentation dépendrait de l'importance respective de ces deux actions diastasiques.

L'auteur constate que pratiquement la fermentation est beaucoup plus facile après chauffage jusqu'à une température voisine de celle de l'ébullition des moûts acides.

En 1900, PELLET (29) relate le résultat des travaux ayant pour objet la fermentation comparée du saccharose et du sucre inverti en milieu artificiel.

L'inverti fermente bien plus vite et la levure employée consomme d'abord le glucose.

Comme toutes les diastases, la sucrase est gênée par les produits qu'elle forme ; l'action tend vers une limite.

Le phénomène a été étudié par DUCLAUX (30) et LINDET (31).

L'inversion préalable du saccharose limiterait l'action de la sucrase de la levure, si la zymase n'intervenait pour faire disparaître les produits de l'hydrolyse.

La pratique semble indiquer que, pour les levures de distillerie, les deux actions diastasiques sont légèrement décalées au début de la fermentation alcoolique et que la zymase est plus active que la sucrase. Par la suite la sucrase prend avantage.

(26) EFFRONT. — 1894, *Monit. Scientif.*, p. 461.

(27) BARBET. — 1896, *Bull. Assoc. Chim.*, p. 228.

(28) FERNBACH. — J. H. E., 1890, Recherche sur la sucrase.

(29) PELLET. — *Bull. Assoc. Chim.*, 1900, p. 17-66.

(30) DUCLAUX. — *Traité de Microbiologie*, 1899, T. 2, p. 140.

(31) LINDET. — *C. R. Ac. Sc.*, 4 mars 1889.

CHAPITRE I

Dosage du sucre dans la betterave

I. — COMPARAISON ENTRE LES MÉTHODES INDIRECTE ET DIRECTE

Pendant la campagne sucrière 1932-33, nous avons eu à examiner de nombreux lots de betteraves et nous avons déterminé pour chacun d'eux la teneur en saccharose en mettant en comparaison différents modes opératoires.

La conclusion de ces essais, qu'il serait fastidieux de rappeler par le détail, a été la suivante :

a) *Marc.* — Pour les betteraves examinées, le marc insoluble dessucré représentait 5,49 % et le jus 94,51 % du poids de la racine.

b) *Sucre % grammes de betteraves.* — Pour les racines examinées, les résultats ont été les mêmes pour :

a) Défécation avec 5 ou 10 cc. de sous-acétate de plomb.

b) Méthode de simple digestion aqueuse à chaud ou méthode de double digestion.

c) Traitement de la râpure à l'eau froide ou échaudage à l'eau bouillante.

d) Ebullition de la pulpe avec l'eau de digestion, ou digestion aqueuse à chaud ordinaire.

e) La méthode de digestion alcoolique avec l'alcool à 90° donne des résultats inférieurs à la digestion aqueuse à chaud.

f) Dans tous les essais la teneur en sucre de la betterave, calculée en partant de la richesse saccharine du jus de pression et du poids de jus contenu dans la racine a conduit à un résultat nettement supérieur à celui obtenu par la méthode de digestion aqueuse à chaud.

Si dans un même lot de racines on dose :

1° Le sucre pour 100 gr. de pulpe par la méthode de digestion aqueuse soit X ;

2° Le sucre dans 100 gr. de jus de pression soit Y ;

On peut poser la relation suivante, si on admet que le sucre contenu dans la racine se trouve dans le jus :

$$100 \text{ gr. racine} = M \text{ gr. de marc dessucré} + J \text{ jus sucré.}$$

$$100 \times X = J \times Y = (100 - M) Y$$

$$\text{d'où } M = \frac{100(Y - X)}{Y} \quad (1)$$

$$J = \frac{100 \times X}{Y} \quad (2)$$

Si la richesse du jus extrait par pression représente bien la moyenne de la richesse en sucre de *la totalité du jus contenu dans la betterave*, ces relations (1) et (2) vont permettre de calculer la teneur de la betterave en marc et en jus.

Appliquées aux résultats expérimentaux obtenus dans les essais relatés au tableau I, les formules (1) et (2) ont conduit aux chiffres ci-après (tableau I) :

TABLEAU I

Numéro de l'essai	Sucre % de Pulpe X	Sucre % gr. de jus Y	Marc calculé M	Marc trouvé M	Différence 4 et 5 M-M'	Jus calculé J	Jus trouvé J'	Différence 7 et 8 J-J'
1	12,20	14,10	13,47	3,52	+ 9,95	86,53	96,48	— 9,95
2	13,18	13,74	4,07	4,33	— 0,26	95,93	95,67	+ 0,26
3	11,29	14,02	19,47	6,91	+12,56	80,53	93,09	—12,56
4	10,70	12,00	10,83	5,65	+ 5,18	89,17	94,35	—15,18
5	10,10	11,01	8,35	5,35	+ 3,00	91,65	94,65	— 3,00
6	16,08	17,35	6,78	5,34	+ 1,44	93,22	94,66	— 1,44
7	16,13	17,40	7,29	5,21	+ 2,08	92,71	94,79	— 2,08
8	12,40	15,13	18,04	7,72	+10,32	81,96	92,28	—10,32
9	13,51	15,06	10,28	5,46	+ 4,82	89,72	94,54	— 4,82
Moyen- nes :	12,84	14,46	10,953	5,499	+ 5,454	89,046	94,501	— 5,454

L'examen du tableau I montre que le marc calculé est toujours supérieur au marc trouvé expérimentalement et que la différence a varié d'un essai à l'autre.

Comme dans les essais la pulpe avait été soumise à des pressions variables ayant permis de recueillir 30-54 % de jus et comme cette pulpe avait été obtenue par des procédés différents, il a paru intéressant de rechercher si le mode opératoire pouvait avoir une influence. C'est l'objet du tableau II.

TABLEAU II

Essais	Mode opératoire	%, de jus recuilli	Différence entre le marc calculé et le marc expérimental (*)
(1)	(2)	(3)	
1	Fraisage de la racine	47,27	+ 9,95
2	Fraisage de la racine	47,00	— 0,27
3	Fraisage de la racine	50,00	+ 12,56
4	Hâche viande	35,00	+ 5,18
5	Râpe ménagère	51,87	+ 3,00
6	Râpe ménagère	54,00	+ 1,44
7	Hâche viande	30,00	+ 2,08
8	Perforation verticale	47,00	+ 10,32
9	Râpe tambour	49,80	+ 4,82

Les données rassemblées ne permettent pas d'affirmer qu'il y ait une relation entre la richesse du jus obtenu avec une pression d'une valeur donnée et la différence entre le marc calculé et le marc trouvé expérimentalement.

Les formules (1) et (2) ont été appliquées aux résultats analytiques obtenus dans l'examen de lots de betteraves effectués d'octobre à fin décembre.

Les résultats consignés au tableau III ont été obtenus en partant de racines fraîches et parfaitement saines, les opérations ont été faites par les mêmes personnes avec le même matériel.

Les chiffres exprimant la richesse en sucre pour 100 gr. de sucre ou % cc. de jus, sont les moyennes de 7 ou 8 polarisations s'appliquant à des centaines de racines de plusieurs variétés, classées en grosses, moyennes et petites dans la même proportion que celle où elles se trouvaient dans la pièce d'où elles proviennent.

De ce fait, le mode opératoire ne peut pas être invoqué pour expliquer les discordances existantes entre le jus trouvé et le jus calculé.

TABLEAU III

Date des essais	Sucre %, gr. de pulpes	Sucre %, de jus	Jus %, gr. calculé	Marc %, cal- culé	Rapport jus calculé marc cal.	Marc moyen %,	Jus moyen %, gr.	Rapport jus rec. marc	Différence entre 6 et 9
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)	
20-10-32	15,60	16,26	95,94	4,06	23,64				+ 4,64
31-10-32	16,08	17,22	92,91	7,09	13,10				— 5,90
2-11-32	17,30	18,39	94,06	5,94	15,80				— 3,20
7-11-32	16,20	17,85	90,75	9,25	9,81	5	95	19	— 9,11
10-11-32	14,07	15,10	93,17	6,83	13,64				— 5,36
14-11-32	13,70	14,48	94,61	5,39	17,55				— 1,45
22-11-32	15,83	18,51	85,50	14,50	5,89				— 13,11
22-12-32	15,40	16,75	91,94	8,06	11,40				— 7,60
Moyennes	15,513	16,58	93,56	6,44	14,52	5	95	19	— 4,48

On est donc admis à supposer que le jus extrait par pression partielle de la râpüre n'a pas la même richesse saccharine que le jus extrait par digestion aqueuse du P. N. de râpüre : il est plus riche.

Les essais qui suivent confirment cette hypothèse.

Comparaison entre :

- a) *La richesse moyenne du jus total de la betterave ;*
- b) *La richesse du jus de pression partielle ;*
- c) *Le jus imprégnant le marc pressé (richesse en sucre).*

Les betteraves soumises aux essais ont été râpées et la râpüre pesée avant pression.

Le jus recueilli et le pressin ont également été pesés, ce qui a permis d'établir le pourcentage de jus extrait.

On a dosé expérimentalement :

- 1) Le sucre % gr. de pulpe fraîche.
- 2) Le sucre % gr. de pulpe pressée.
- 3) Le sucre % gr. de jus de pression.
- 4) Le marc insoluble pour % gr. de pulpe.
- 5) Le jus total (eau + matières solubles) % gr. de pulpe.

Les opérations terminées ont donné les résultats analytiques consignés dans le tableau suivant :

TABLEAU IV

N° d'essai	Pulpe fraîche			Pressin			Jus de pression	
	Marc % gr.	Jus % gr.	Sucre % gr.	Pressin % gr. de pulpe fraîche	Jus contenu dans le pressin	Sucre % gr. de pressin	Sucre %	Jus extrait % de pulpe
(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)	(9)
1	3,52	96,48	12,20	52,73	49,21	11,30	14,10	47,27
2	4,33	95,67	13,18	53,00	48,67	11,40	13,74	47,00
3	6,91	93,09	11,29	70,00	63,09	11,20	14,02	30,00
4	5,65	94,35	10,70	65,00	59,35	10,47	12,00	35,00
5	5,35	94,65	10,10	48,13	42,78	8,10	11,01	51,87
6	5,34	94,66	16,08	46,00	40,66	13,61	17,25	54,00
7	5,21	94,79	16,13	70,00	64,79	15,36	17,40	30,00
8	7,72	92,28	12,40	53,00	45,28	9,41	15,13	47,00
9	5,46	94,54	13,51	50,20	44,74	12,05	15,06	49,80
Moyennes	5,49	94,51	12,84	56,44	50,95	11,47	14,43	43,55

Ces éléments vont permettre de comparer :

- 1° *La richesse en sucre pour % gr. de jus de pression, dosée directement, soit σ ;*
- 2° *La richesse calculée de l'ensemble du jus contenu dans la racine.*

Le sucre % gr. de betteraves étant Z (colonne 4, tableau IV), le poids de pulpe fraîche P, le poids de marc insoluble M, (colonne 2, tableau IV), la *richesse du jus calculé* est donnée par la relation :

$$\text{Richesse du jus calculé} = \frac{P Z}{P - M}$$

3° *La richesse du jus imprégnant le pressin.*

Cette dernière sera donnée par la relation $\frac{P' \times \sigma'}{P' - M} = \sigma''$ dans laquelle :

P' : poids du pressin pour 100 gr. de pulpe fraîche (colonne 5, tableau IV) ;

σ : richesse en sucre % gr. de pressin (colonne 7) ;

M : marc % gr. de pulpe fraîche.

4° *De calculer la teneur réelle en sucre de la racine* d'après la richesse du jus recuilli par pression, et la richesse du jus imprégnant le pressin.

Cette richesse calculée sera égale à :

$$\frac{J\sigma + \frac{(P' - M) \times \frac{P' \sigma'}{P' - M}}{J + P' - M}}{J + P' - M} = \frac{J\sigma + P' \sigma'}{J + P' - M}$$

J : Poids du sucre extrait par pression de 100 gr. de pulpe fraîche.

σ : Sucre % gr. de jus de pression.

P' : Poids du pressin pour 100 gr. de pulpe.

σ' : Richesse en sucre % gr. de pressin.

M : Marc insoluble pour % gr. de pulpe fraîche.

Les calculs effectués, en partant des éléments analytiques du tableau IV, font l'objet du tableau V.

Ces essais appellent quelques observations :

I. — Alors que la betterave contient de 94 à 95 % de jus en poids, au cours des expériences qui précèdent, il n'a pu être extrait qu'un maximum de 54 % de jus de pression, la râpure soumise à la pression ayant été obtenue avec une râpe ménagère à main.

Depuis, il nous a été possible d'obtenir une râpure plus fine et partant d'extraire un pourcentage plus élevé de jus.

TABLEAU V

Número de l'essai	Sucre dosé dans le jus pour %, gr.	Sucre calculé dans le jus en partant de (P-Z) richesse	Sucre dans le jus imprégnant le pressin (P' σ')	Richesse réelle du jus calculé J σ + P' σ	Différence entre colonne 5 et 3	Sucre pour %, gr. de racines
1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)
		(P-M) betteraves	(P'-M)	J + P' - M		
1	14,10	12,64	12,10	13,08	+ 0,44	12,20
2	13,74	13,77	12,41	13,06	— 0,71	13,18
3	14,02	12,12	12,42	12,94	+ 0,82	11,29
4	12,00	11,32	11,46	11,66	+ 0,34	10,70
5	11,01	10,67	9,11	10,15	— 0,52	10,10
6	17,25	17,00	15,30	16,45	+ 0,55	16,08
7	17,40	17,00	16,59	16,85	+ 0,15	16,13
8	15,13	13,41	11,01	13,11	— 0,30	12,40
9	15,06	14,30	13,52	14,33	+ 0,33	13,51
Moyennes	14,41	13,58	12,66	13,51	— 0,07	12,84

Malgré cette plus grande division de la râpüre, les divergences entre les richesses données par la digestion aqueuse de la râpüre et l'analyse du jus de pression extrait de cette râpüre persistent, ainsi qu'on peut le remarquer dans le tableau ci-dessous :

TABLEAU VI

	Sucre %, gr. de pulpe	Sucre %, de jus		Jus en poids pulpe calculé	Richesse pulpe calculée en partant du jus	Différence entre 1 et 5
		en volume	en poids			
	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)
1	17,2	20,6	18,9	90,5	17,96	— 0,76
2	18,2	21,9	20,0	91,0	19,00	— 0,80
3	15,4	18,2	16,8	92,0	15,96	— 0,56
Moyennes	16,9	20,2	18,56	91,1	17,64	— 0,74

Nous pensons (des travaux entrepris depuis et faisant l'objet d'autres communications l'ont confirmé) que la cause de ces anomalies est le pouvoir absorbant du marc vis-à-vis du saccharose.

On peut objecter que dans l'un et l'autre cas, analyse par digestion aqueuse et extraction du jus par pression, le saccharose en solution se trouve en présence de marc et que le phénomène d'absorption, si il existe réellement, doit fausser dans le même sens les résultats analytiques des deux méthodes.

Cette objection est plus apparente que réelle, car l'absorption est un phénomène limité et dans le cas du jus sucré en

présence du marc, on peut admettre que la saturation (limite d'absorption) est dépassée.

D'autre part, les concentrations moléculaires sont différentes dans les deux cas. (En digestion aqueuse, on a environ 0 molécule 008 dissoute pour 100 cc., alors que dans le jus la concentration est de 0 molécule 06). Les conditions d'absorption liées à la concentration sont de ce fait différentes et il est vraisemblable de penser que l'absorption est proportionnellement bien plus grande dans le premier cas que dans le second.

II. — Au cours des analyses par digestion aqueuse, le flacon de digestion a été complété à 100 cc. et il n'a pas été tenu compte des volumes occupés par le marc et le précipité plombique.

Or, dans l'analyse du pressin, le volume de l'insoluble était sensiblement deux fois plus grand que dans l'analyse de la pulpe fraîche. La polarisation ramenée au jus aurait dû être augmentée en proportion, alors que tous calculs effectués, la richesse du jus imprégnant le pressin est inférieure de 1,75 à la richesse du jus de première pression, soit une différence en moins de 12,1 % (tableau V, différence entre colonnes 2 et 4).

Cette constatation vient à l'appui de l'hypothèse formulée plus haut sur l'absorption du sucre par le marc.

Dans l'analyse du sucre dans le pressin par digestion aqueuse, la concentration en sucre % diminue et le volume du marc absorbant augmente, toutes conditions qui ont pour effet d'augmenter le phénomène d'absorption.

Conclusions. — Les analyses de betteraves faites par digestion aqueuse de la râpüre et celles faites en partant du jus de pression de cette râpüre donnent des résultats différents.

La méthode indirecte en partant du jus donne toujours des richesses saccharines supérieures à la méthode de digestion aqueuse de la râpüre.

Si on admet que le jus de betterave a une composition homogène et qu'il contient tout le sucre de la racine, la richesse réelle de la betterave est donnée par l'analyse indirecte alors que la méthode de digestion aqueuse pêche par défaut.

Si, au contraire, le jus obtenu par pression partielle de la râpüre est plus riche que l'ensemble du jus contenu dans la racine, l'analyse effectuée en partant du jus donne un résultat trop fort.

Or, si on soumet une râpüre à des pressions croissantes, on constate qu'à partir d'une certaine pression (50 kgs) les extractions sont infimes pour une variation de pression considérable (3 % de 50 à 100 kgs cm²) et que la teneur en sucre de la fraction extraite baisse, ce qui ne signifie nullement que

le jus de la racine n'est pas homogène comme composition, mais que le sucre est retenu par le marc avec plus d'énergie que l'eau.

Ceci posé, *la question reste entière* et il est nécessaire d'étudier méthodiquement la digestion aqueuse en dégageant les différents éléments qui peuvent influencer le résultat de l'analyse, afin de voir le degré de fidélité de la méthode analytique adoptée.

C'est l'objet des essais qui suivent.

Dans tous ces essais, il a été employé 5 cc. de sous-acétate pour 100 cc. de solution.

La *râpure ultra fine* a été obtenue avec l'appareil « Bettatero » conçu par les services techniques du Consortium Italien des Fabricants de Sucre.

Constitué par deux batteurs lisses entraînés à une vitesse de 5.000 tours-minute par un moteur de 3 chevaux, qui réduisent la cossette en pulpe impalpable et l'obligent à passer à travers une grille perforée (des trous de 1 mm. 5), cet appareil donne une *râpure crème d'une extrême finesse dont les éléments n'ont que 100 à 200 mm. de diamètre*.

La grosse râpure provenait de cossettes passées au hachevande.

Les cossettes destinées à l'obtention des fines ou grosses râpures provenaient de la même racine et l'échantillon était homogénéisé avec soin pour que la richesse soit rigoureusement la même pour les deux échantillons.

II. — ESSAIS N° 1

Influence de la texture de la râpure et de la richesse en sucre du milieu

1. *Objet.* — a) Influence de la grosseur de la râpure sur les résultats de l'analyse, les conditions de diffusion étant identiques ;

b) Influence de la richesse en sucre du milieu avec des pulpes fines et grosses sur les résultats de l'analyse.

2. *Technique.* — Il a été placé dans deux flacons de 100 cc. le P. N. de râpure fine et dans deux autres flacons le P. N. de grosse râpure. L'un des deux ballons de chaque série a reçu 2 gr. de sucre pur. Les 4 ballons ont été affleurés à 100 (il n'a pas été tenu compte du volume du marc, et ce volontairement) après avoir été additionnés de 5 cc. de sous-acétate de plomb. La digestion s'est faite au bain-marie, 20 minutes à 90°. Les flacons refroidis affleurés à 100, filtrés et analysés, ont donné les résultats indiqués dans le tableau n° 1.

Tableau N° 1

Désignation	Polarisation		Sucre % cc.			Différence
	Directe	Clerget	Direct	Clerget	Bertrand	
<i>Grosse râpure :</i>						
Témoin	17,3	17,2	2,801	2,785	2,717	
P. N. + 2 gr. sucre	28,7	28,6	4,658	4,642	4,671	+1,857
<i>Fine râpure :</i>						
P. N. témoin	21,2	21,1	3,436	3,420	3,459	
P. N. + 2 gr. sucre .	33,7	33,7	3,489	5,489	5,330	+2,053

Cet essai, repris trois fois, a donné pour les mêmes cossettes les résultats figurant dans le tableau n° 2.

La technique suivie a été la double digestion aqueuse à chaud Saillard pour les essais 1 et 2, et la technique Pellet, remplissage 90 cc. pour le n° 3.

Tableau N° 2

	Grosse râpure		Fine râpure		Différence entre fine et grosse râpure	
	Sucre %	Différence	Sucre %	Différence	sans sucre	avec sucre
I.						
Témoin	3,631		4,088		+0,457	
Témoin + 2 gr. sucre	5,456	1,825	6,075	1,987		0,619
II.						
Témoin	3,344		3,859		+0,515	
Témoin + 2 gr. sucre	5,246	1,902	5,863	2,004		0,759
III.						
Témoin	2,964		3,631		+0,667	
Témoin + 2 gr. sucre	4,740	1,776	5,586	1,955		0,846

Les résultats qui précèdent sont résumés dans la courbe n° 1 et dans le tableau ci-dessous.

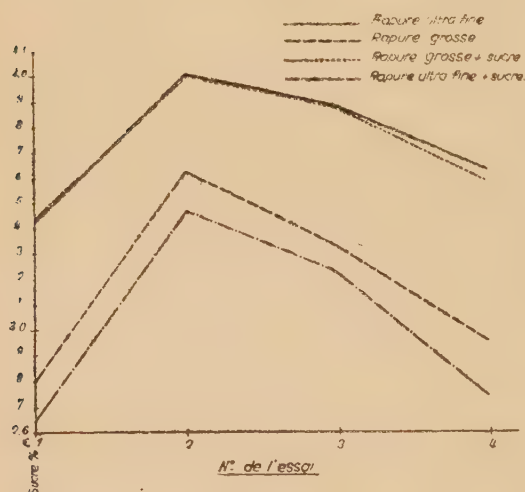
Tableau N° 3

Numéro de l'essai	Poids normal dans % richesse en sucre			
	Pulpe fine	Pulpe grosse	Pulpe fine + sucre	Pulpe grosse + sucre
Essai n° 1	3,436	2,801	3,489	2,658
100 cc. N° 2	4,088	3,631	4,095	3,456
100 cc. N° 3	3,859	3,334	3,863	3,246
90 cc. N° 4	3,631	2,964	3,586	2,740
complété à 100 ensuite				

Conclusions

Il résulte des essais qui précèdent que le résultat de l'analyse de la betterave par digestion aqueuse est *sous la dépendance étroite de la texture de la pulpe*.

Toutes autres conditions égales, les polarisations mesurées sont d'autant *plus élevées que la râpüre est plus fine*.



COURBE N° 1

Influence de la finesse de la râpüre et de la richesse du milieu en sucre sur le résultat de l'analyse

râpüres grosses croissent quand la richesse saccharine du liquide croît.

Ces différences paraissent provenir de la rapidité de diffusion entre la râpüre et le liquide de digestion.

L'emploi de hache-viande pour obtenir la pulpe à analyser paraît devoir être écarté quel que soit le mode de digestion adopté.

Les différences analytiques obtenues en partant d'une même racine, avec râpüre fine et râpüre grosse, sont d'autant plus grandes que le liquide de diffusion est ajouté en moindre quantité pendant la digestion aqueuse.

Toutes conditions égales, les différences de richesse entre des râpüres fines et des

Avec la râpüre ultra fine, complètement désintégrée, l'équilibre est presque immédiat, alors qu'avec la grosse râpüre il ne paraît pas atteint dans les limites du temps normal d'analyse.

III. — ESSAIS N° 2

Action du Marc

1. *Objet.* — Dans les essais qui précèdent, il n'a pas été tenu compte de l'influence qui résulte de la présence du marc et de l'insoluble et les flacons ont été affleurés à 100 cc. En vue de dégager cette influence au cours des essais n° 2, la quantité de pulpe diffusée a varié et la teneur en sucre a été calculée pour la ramener au P. N., l'affleurement des flacons étant fait comme précédemment à 100 cc.

Dans ces conditions, si aucune action étrangère n'était intervenue, le résultat trouvé aurait dû être d'autant plus élevé que le poids de râpüre était plus grand puisque le volume du solvant était diminué d'un volume plus grand de l'insoluble (2).

2. *Technique.* — Des poids croissants de râpüre fine et grosse ont été digérés dans un volume constant 100 cc. Après double digestion aqueuse à chaud, refroidissement, filtration, polarisation, les résultats obtenus ont été rapportés au poids normal en appliquant la formule :

$$S \text{ \% gr.} = \frac{a \times 16,29}{P}$$

Comme précédemment, ont été déterminés le sucre direct, le sucre Clerget, le sucre Bertrand.

Les mêmes essais ont été repris avec addition d'un poids connu de saccharose.

Enfin, dans la dernière expérience de la série, le sucre n'a pas été ajouté en présence de la pulpe, mais *ajouté au jus de diffusion déféqué et filtré.*

Dans cet essai, il a été tenu compte du volume occupé par les 4 gr. de sucre ajouté et le sucre total de l'échantillon analysé était pour 100 cc. :

a) Sucre ajouté : 4 gr.

b) Richesse du jus $R \times V$ avec $V = 100 - \frac{4}{D}$

D. densité du sucre = 1,6.

Résultats. — Les résultats sont rassemblés dans les tableaux qui suivent :

Numéros	Poids râpure	Polarisation	Polarisation P. N.	Sucre % gr.		
				Direct	Clerget	Bertrand
a) RAPURE FINE :						
1	12 gr.	14,6	19,83	3,225	3,170	3,111
2	14 gr.	17,2	20,01	3,258	3,209	3,241
3	16 gr.	19,9	20,26	3,290	3,225	3,290
4)	18 gr.	22,5	20,36	3,306	3,241	3,392
b) MÊME ESSAI, GROSSE RAPURE :						
1	12 gr.	12,7	17,26	2,807		2,785
2	14 gr.	14,7	17,21	2,801		2,738
3	16 gr.	16,3	16,57	2,693		2,638
4	18 gr.	18,2	16,53	2,687		2,703

	Poids râpüre	Polarisation P. N.	Sucre %
c) RAPURE FINE :			
1	12 gr.	22,3	3,631
2	16 gr.	22,40	3,647
d) GROSSE RAPURE :			
3	12 gr.	19,1	3,111
4	16 gr.	18,8	3,062

Numéros	Polarisation solution	Sacchar. correspondant	Sucre dans 97 cc. 5	Sucre ajouté	Sucre total	Polarisations	
						théoriques	trouvées
e) SACCHAROSE AJOUTÉ A DES SOLUTIONS SUCRÉES DÉFÉQUÉES :							
1 ..	15	2,443	2,381	4	6,381	39,1	39,1
2 ..	19,3	3,143	3,064	4	7,064	43,3	43,3
3 ..	22,4	3,648	3,508	4	7,508	46,1	46,2
4 ..	14,1	2,296	2,238	4	6,238	38,4	38,3
5 ..	22,1	3,599	3,510	4	7,510	46,1	46,1

Volume occupé par 4 gr. de sucre 2 cc. 5 — Volume solution
100 — 2,50 = 97 cc. 5.

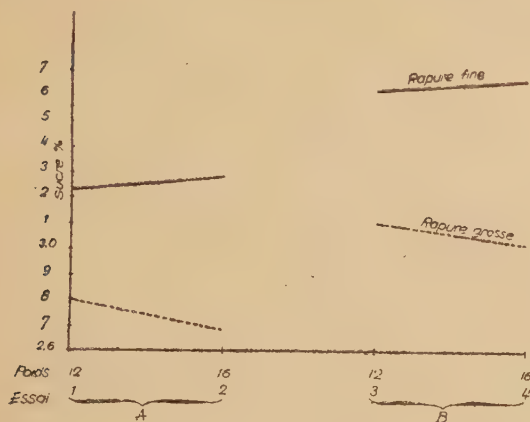
Les résultats condensés dans le tableau suivant sont illustrés par la courbe n° 2 :

	Prise d'essai	Richesse en sucre ‰ gr.		Sucre ‰ cc. jus	
		Pulpe fine	Pulpe grosse	Réel	Trouvé
1 ..	12	3,225	2,807	6,381	6,239
2 ..	16	3,290	2,693	7,064	7,052
3 ..	12	3,631	3,111	6,238	6,109
4 ..	16	3,647	3,062	6,937	6,824

Conclusions

Des essais qui précèdent, il résulte que si on effectue la digestion dans un *volume constant*, de *poids croissants de râpüre fine*, le sucre trouvé pour 100 gr. de râpüre croit légèrement avec l'augmentation du poids de râpüre.

Toutes autres conditions égales, si la râpüre mise en digestion est *grosse*, les polarisations observées ramenées à 100 gr. de râpüre sont d'autant *plus faibles* que la prise d'essai est plus forte.



COURBE N° 2

Influence du poids et de la finesse de la râpüre sur les résultats de l'analyse.

Ces résultats confirment ceux obtenus précédemment et soulignent à la fois l'influence de la finesse de la râpüre et celle du marc insoluble.

Si on ajoute au jus sucré déféqué et filtré provenant d'une digestion aqueuse, une quantité connue de sucre, l'analyse indique qu'il n'y a pas d'action entre le jus sucré déféqué et filtré et le sucre ajouté.

Les anomalies constatées proviennent donc de la râpüre et du précipité et sont variables suivant la texture de ces derniers.

IV. — ESSAIS N° 3

Influence de la concentration en sucre du liquide diffusant

1) *Objet.* — Les présents essais sont le corollaire de ceux faisant l'objet du § III.

Alors que précédemment, on avait un *poids de râpure croissant* diffusée dans un *volume constant* (100 cc.), au cours des essais qui suivent, le *poids de râpure a été constant*, la diffusion étant faite dans un volume croissant, et la *teneur en saccharose du milieu étant maintenue constante* par addition de sucre.

2) *Technique.* — Les poids normaux de fine et grosse râpure ont été placés dans des flacons de 100, 150, 200, 250 cc. Le flacon de 100 cc., avec P. N. digéré au préalable a donné les polarisations α et α' du liquide de digestion.

Les flacons ont été complétés à 150, 200, 250, avec 50, 100, 150 de liqueur sucrée de polarisation α ou α' , suivant la série et avant digestion.

Après refroidissement, affleurement, filtration et polarisation, les résultats ont été les suivants :

3) *Les résultats.* — Fine râpure.

P. N. Essai préalable. — Polarisation 23,30 = 3,7943 prépare une solution sucrée à 3,794 %. P = 23,30.

Numéros	Poids râpure	Solution sucrée ajoutée	Volume total	Polarisation	Sucre % cc.
1 ..	P. N.	0 cc.	100 cc.	23,3	3,794
2 ..	P. N.	50 cc.	150 cc.	23,3	3,794
3 ..	P. N.	100 cc.	200 cc.	23,3	3,794
4 ..	P. N.	150 cc.	250 cc.	23,3	3,794

Grosse râpure — P. N. Essai préalable.

Polarisation 20 = 3,258 de sucre % cc.

Numéros	Poids râpure	Solution sucrée ajoutée	Volume total	Polarisation	Sucre % cc.
1 ..	P. N.	0 cc.	100 cc.	20,0	3,258
2 ..	P. N.	50 cc.	150 cc.	20,0	3,258
3 ..	P. N.	100 cc.	200 cc.	20,0	3,258
4 ..	P. N.	150 cc.	250 cc.	20,0	3,258

Conclusions

Ces essais établissent que si les *poids de râpüre sont constants*, ainsi que la *concentration en sucre du milieu*, l'augmentation de volume du liquide diffusant n'entraîne *aucune variation de polarisation*.

En d'autres termes, l'addition de sucre à un certain poids de râpüre n'entraîne une modification dans les résultats analytiques que si cette addition de sucre change la concentration du milieu.

V. — ESSAIS N° 4

Le Marc et le précipité plombique. — Poids, Volume et Densité

1) *Objet.* — Tous les auteurs sont à peu près d'accord pour reconnaître que le marc de la betterave constitué par *tout l'insoluble* représente environ 5 % du poids total.

E. Boullanger l'évalue à 4-5 % (3) ;

Le professeur Saillard table sur 4,8 (4) ;

Le professeur Dr O. Kopecky (5) donne les chiffres de :

5,895 pour le marc à l'eau froide.

4,862 pour le marc à l'eau chaude.

Le Dott. Elio Valle (6) commente longuement les résultats ci-dessus pour finalement conclure que leurs valeurs sont voisines de celles trouvées par Vondrak et Stanek.

Nous-même (7), dans un travail présenté en 1934, nous avons trouvé que le marc représentait un poids moyen de 5,49 % du poids total. Ce chiffre est d'ailleurs lié à la richesse de la racine et est plus élevé pour les racines riches que pour les racines pauvres.

Dans les essais qui suivent, il a été admis que le marc *représentait 5 % du poids total*.

Cette valeur étant admise, il y a lieu de déterminer :

a) La densité et le volume du marc ;

b) Le poids, la densité et le volume du précipité plombique.

Ces déterminations permettront de connaître le volume exact du solvant dans lequel se fait la diffusion d'un poids déterminé de pulpe et de calculer l'influence de la diminution de volume du liquide du fait de la présence du marc et du précipité plombique.

2) *Technique.* — Les densités du marc obtenu par traitement à l'eau à 50° (ainsi que celles du marc et du précipité plombique) ont été déterminées par la méthode du picnomètre en prenant l'alcool de densité 0,8117 comme liquide auxiliaire (densité de l'alcool déterminée au picnomètre).

3) *Résultats.* — Moyenne des opérations sur marc sec lavé à 50° : D° 1,356.

Le Docteur O. Kopecky donne dans son mémoire (5) la densité suivante :

Marc à l'eau chaude 1,368.

Marc à l'eau froide 1,377.

Poids moyen du marc et du précipité plombique pour un poids normal de 16,29 : 1 gr. 825.

Densité moyenne du marc et du précipité plombique sec : D = 2,000.

Ces résultats permettent de calculer le volume occupé par le marc et le précipité plombique pour un poids de râpüre de 16 gr. 29.

Poids du marc pour une prise d'essai de 16 gr. 29 :

$$\frac{5 \times 16,29}{100} = 0 \text{ gr. } 814$$

Volume occupé par le dit marc :

$$\frac{0,814}{1,356} = 0 \text{ gr. } 600$$

Poids du précipité plombique :

$$1,825 - 0,814 = 1 \text{ gr. } 011$$

Volume occupé par le marc et le précipité plombique :

$$\frac{1,825}{2,00} = 0 \text{ cc. } 913$$

5 cc. de sous-acétate de plomb employé donnent 1 gr. 845 d'extrait.

Volume du précipité plombique :

$$0,913 - 0,600 = 0,313$$

Densité du précipité plombique :

$$\frac{1,011}{0,313} = 3,2$$

Conclusions

Le poids du marc insoluble et du précipité plombique pour une prise d'essai de 16,29 de râpüre additionnée de 5 cc. de sous-acétate de plomb, ressort à une moyenne de 1 gr. 825 et leur volume à 0 cc. 913.

Comme au cours des essais précédents, les flacons avaient été complétés à 100 cc., la digestion s'est effectuée dans un volume de solvant de 100 — 0,913 = 99 cc. 087.

Dans ces conditions et en l'absence de tout autre phénomène, la polarisation lue α aurait dû être les $\frac{100}{99}$ de la polarisation exacte.

De même dans les opérations d'analyse où l'on opère avec 32 gr. 58 de râpure dans un ballon jaugé à 201 cc. avec 8 ou 9 cc. de sous-acétate de plomb, *le résultat lu devrait pêcher par excès.*

En fait, nos précédents travaux et ceux qui suivent *établissent qu'il y a absorption du sucre par le marc et pratiquement les effets paraissent se compenser.*

On peut donc admettre que dans l'analyse de la betterave par double digestion aqueuse à chaud, si on part d'une râpure *ultra fine*, on obtient un résultat qui approche de très près la réalité.

Remarque. — Dans des travaux publiés en 1927, par la Zuckerind. 9 pr. 161, Vondrak donne comme volume du précipité plombique 1 cc. 54 pour un P. N. de 26 gr., soit 0 cc. 98 pour 16 gr. 29.

Spengler et Brendel ont trouvé 2 cc. 1, soit 1 cc. 3 pour 16,29 (14).

VI. — ESSAIS N° 5

Adsorption du sucre par le marc insoluble

1) *Objet.* — L'adsorption du sucre par le marc a été signalée par de nombreux auteurs, en particulier Krockner en 1895 (8), Høglund, en 1905 (9), Pellet, en 1906-1907 (10).

M. le Professeur Pérard et nous-même dans la séance du 12 mars 1935 à l'Association des Chimistes de Sucrerie et Distillerie (1) avons fait part de nos observations à ce sujet.

Pour mettre en évidence cette action du marc sur le sucre, nous avons mis en présence des quantités connues de marc dessucré et sec, un poids connu de sucre et nous avons fait la digestion dans les conditions habituelles de temps, de volume et de température.

L'analyse par polarisation permettrait de suivre l'adsorption et de dégager l'influence des facteurs : poids de marc, poids de sucre, action du sous-acétate de plomb.

Dans tous les essais qui suivent, le marc sec lavé provenait du broyeur décrit au début du présent mémoire ; on était donc en présence d'un marc extrêmement divisé dont les particules sèches sont de 20 à 150 μ de diamètre et dont 1 gr. en renferme environ 1 million.

Poids de marc placé dans 50 cc. d'alcool : 0,032.

Particules par 1/10 de cc. : 65.

Particules pour 50 cc. : $65 \times 10 \times 50 = 32.500$.

$$\text{Particules par gramme : } \frac{32.500 \times 1.000}{32} = 1,015,625.$$

2) *Technique.* — Des poids de 0 gr. 5, 1 gr., 1 gr. 5 de marc sec lavé ont été placés dans des flacons de 100 cc. et ont été additionnés de 4 gr. de sucre.

Dans une deuxième expérience, un poids constant de 1 gr. de marc a été placé dans 3 flacons de 100 cc. qui ont reçu un poids de sucre de 3, 4 et 5 gr.

Les expériences ont été faites en l'absence et en présence de sous-acétate de plomb avec marc lavé à l'eau et marc mordancé au sous-acétate de plomb avant lavage.

Le contenu des flacons, marc, eau, sucre, a dû être porté quelques minutes à 100° pour chasser l'air et permettre à l'eau de mouiller le marc.

3) *Résultats.* — *Expérience n° 1, sans sous-acétate.*

Numéros	Poids de marc	Volume de marc	Volume liquide	Poids sucre	Polarisation	Polarisation calculée	Différence
<i>Marc sec lavé. — Poids croissant. — Sucre poids constant</i>							
1	0 gr. 5	0 cc. 37	99,67	4 gr.	24,7	24,68	+0,18
2	1 gr. 0	0 cc. 73	99,27	4 gr.	25,2	24,79	+0,59
3	1 gr. 5	1 cc. 10	98,90	4 gr.	25,6	24,88	+0,72
<i>Poids constant de marc 1 gr. — Poids de sucre croissant</i>							
1	1 gr.	0 cc. 73	99,27	3 gr.	19,10	18,73	+0,37
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	25,20	24,78	+0,42
3	1 gr.	0 cc. 73	99,27	5 gr.	31,40	30,91	+0,49

La polarisation lue est supérieure à la polarisation théorique et l'augmentation paraît liée à l'augmentation du poids de marc.

Il y a tout lieu de supposer que l'on se trouve en présence de composés dextrogyres provenant de l'hydrolyse des matières pectiques (12), hydrolyse due au chauffage nécessaire pour mouiller le marc.

Pour éluder ce point particulier, les expériences ci-dessus ont été reprises avec addition de 5 cc. de sous-acétate de plomb.

*Expérience n° 2. — Même marc, en présence
de sous-acétate de plomb*

Numéros	Poids de marc	Volume de marc	Volume liquide	Poids sucre	Polarisations		Différences
					Réelles	Calculées	
1	0 gr. 5	0 cc. 37	99,67	4 gr.	24,60	24,67	—0,07
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,60	24,78	—0,18
3	1 gr. 5	1 cc. 10	98,90	4 gr.	24,60	24,88	—0,28
1	1 gr.	0 cc. 73	99,27	3 gr.	18,60	18,73	—0,13
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,60	24,78	—0,18
3	1 gr.	0 cc. 73	99,27	5 gr.	30,70	30,91	—0,21

Ainsi, en présence de sous-acétate, le résultat trouvé est inférieur au résultat théorique. La diminution croît avec le poids du marc et la richesse en sucre du milieu.

Les matières dextrogyres provenant de l'hydrolyse des pectines ont été précipitées par le sous-acétate de plomb.

Ce point a d'ailleurs été précisé par Mlle A. Chaudun (13).

Expériences n° 3. — Comme le n° 1, avec marc mordancé au sous-acétate de plomb, mais opération faite sans addition de sous-acétate de plomb.

Numéros	Poids de marc	Volumes		Poids sucre	Polarisations		Différences
		Marc	Liquide		Réelles	Calculées	
1	0 gr. 5	0 cc. 37	99,67	4 gr.	24,30	24,67	—0,37
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,40	24,78	—0,38
3	1 gr. 5	1 cc. 10	98,90	4 gr.	24,40	24,88	—0,48
1	1 gr.	0 cc. 73	99,27	3 gr.	18,30	18,73	—0,43
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,40	24,78	—0,38
3	1 gr.	0 cc. 73	99,27	5 gr.	30,20	30,91	—0,71

Au cours de l'expérience n° 3, nous avons employé du marc sec lavé et mordancé au sous-acétate de plomb, mais sans ajouter de sous-acétate pendant la digestion. L'influence du mordantage est manifeste et les diminutions de polarisation sont considérables.

Expérience n° 4. — Comme 2, mais faite avec *marc mordancé* au préalable et addition de 5 cc. de sous-acétate de plomb pendant la diffusion.

Numéros	Poids de marc	Volumes		Poids sucre	Polarisations		Différences
		Marc	Liquide		Réelles	Calculées	
1	0 gr. 5	0 cc. 37	99,67	4 gr.	24,60	24,67	—0,07
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,60	24,78	—0,18
3	1 gr. 5	1 cc. 10	98,90	4 gr.	24,60	24,88	—0,28

Marc poids constant 1 gr. — Sucre poids constant

1	1 gr.	0 cc. 73	99,27	3 gr.	18,50	18,73	—0,13
2	1 gr.	0 cc. 73	99,27	4 gr.	24,60	24,78	—0,18
3	1 gr.	0 cc. 73	99,27	5 gr.	30,70	30,91	—0,21

Les résultats des expériences n°s 1, 2, 3, 4, qui précèdent sont condensés dans les tableaux A et B ci-après et illustrés par les courbes 3 et 4.

TABEAU A

Influence d'un poids croissant de marc lavé sec, mordancé ou non au sous-acétate de Pb, en l'absence ou en présence de sous-acétate de Pb sur la polarisation d'un poids constant de saccharose, le volume total restant constant.

Numéros	Poids de marc	Volume du marc $\frac{5 \times P}{100} \times 1,36$	Volume du liquide $\frac{100 - V}{100}$	Sucre ajouté	Polarisation sans sous-acétate		Polarisation avec sous-acétate		Polarisation théorique $\frac{a \times 100}{V}$
					Marc non mordancé	Marc mordancé	Marc non mordancé	Marc mordancé	
1	0 gr. 5	0,37	99,67	4 gr.	24,7	24,3	24,60	24,60	24,67
					(Sucre 4 gr. dans 5 cc. polarisation = 24,60)				
2	1 gr.	0,73	99,27	4 gr.	25,2	24,40	24,60	24,60	24,78
3	1 gr. 5	1,10	98,90	4 gr.	25,6	24,40	24,60	24,60	25,88

TABLEAU B

Influence d'un poids constant de marc sec mordancé ou non mordancé au sous-acétate de plomb, en l'absence ou en présence de sous-acétate de plomb, sur la polarisation d'un poids croissant de saccharose, le volume marc + sucre + eau restant constant (100 cc.).

Numéros	Poids de marc	Volume du marc	Volume du liquide	Sucre ajouté	Polarisation sans sous-acétate		Polarisation avec sous-acétate		Polarisations	
					Marc non mordancé	Marc mordancé	Marc non mordancé	Marc mordancé	théoriques	Sucre dans 100 cc.
1	1 gr.	0,73	99,27	3 gr.	19,10	18,30	18,60	18,60	18,73	18,60
2	1 gr.	0,73	99,27	4 gr.	25,20	24,40	24,60	24,60	24,78	24,60
3	1 gr.	0,73	99,27	5 gr.	31,40	30,20	30,70	30,70	30,91	30,70

Conclusions

Des essais qui précèdent, il résulte que :

1° *En l'absence de sous-acétate de plomb*, des poids croissants de marc lavé sec, non mordancé au préalable, mis en digestion avec poids constant de saccharose dans un volume constant, conduisent à une *augmentation de polarisation*.

$$0 \text{ gr. } 5 \alpha = + 0,03 \quad 1,5 \alpha = + 0,8$$

2° Si l'expérience est faite avec du marc mordancé au préalable au sous-acétate de plomb, il y a *diminution marquée* de la polarisation.

$$0 \text{ gr. } 5 \alpha = - 0,37 \quad 1 \text{ gr. } 5 \alpha = 0,48$$

3° Si le poids de marc mis en digestion est *constant* et les *poids du saccharose ajouté croissants*, pour un même volume total, le marc lavé sec *non mordancé* donne une *augmentation* de polarisation

$$3 \text{ gr. } \alpha = + 0,37 \quad 5 \text{ gr. } \alpha = 0,50$$

4° Si le marc employé est mordancé, toutes autres conditions égales, il y a *diminution* de la *polarisation*

$$3 \text{ gr. } \alpha = 0,43 \quad 3 \text{ gr. } \alpha = 0,74$$

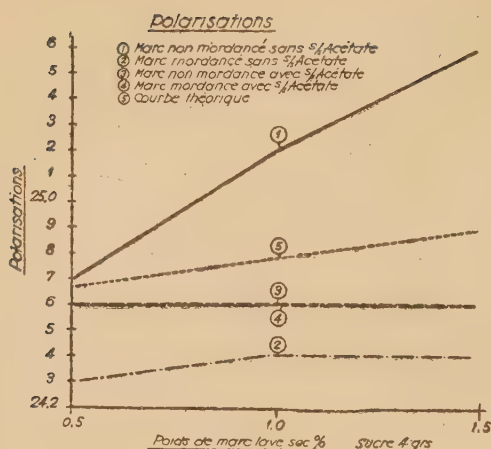
5° En présence de *sous-acétate de plomb* (5 cc.) des poids croissants de marc lavé sec, *non mordancé*, mis en digestion avec des *poids constants* de saccharose pour un volume total constant conduisent à une *diminution* de la polarisation

$$0 \text{ gr. } 5 \alpha = 0,17 \quad 1 \text{ gr. } 5 \alpha = 0,28$$

6° Avec le *marc mordancé*, le *résultat est identique*.

7° Si le poids de marc est *constant*, les poids de sucre *croissants*, la diminution est *identique* pour les marcs *mordancés et non mordancés*.

$$3 \text{ gr. } \alpha = - 0,13 \quad 5 \text{ gr. } \alpha = - 0,21$$

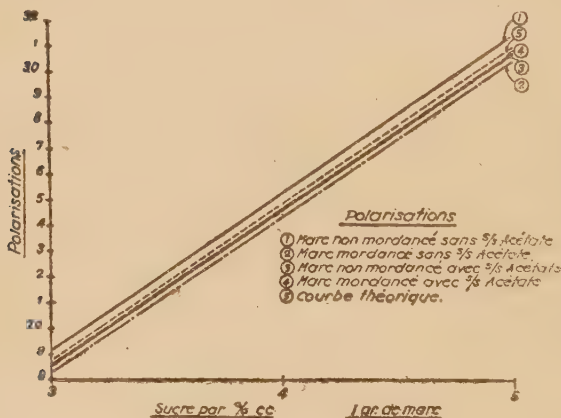


COURBE N° 3

Absorption du sucre par le marc
Influence d'un poids croissant de marc sur une
solution sucrée de concentration constante

plus grande que le poids de marc *digéré* est élevé. L'augmentation ne paraît pas influencée par la richesse saccharine du milieu.

2° Si on opère sur du marc *lavé mordancé* au préalable au sous-acétate (lavages jusqu'à disparition du louche à l'eau), la digestion aqueuse d'un certain poids de marc avec du saccharose conduit à une diminution marquée de la polarisation par rapport au témoin tel qu'il est défini ci-dessus..



COURBE N° 4

Absorption du sucre par le marc
Influence d'un poids constant de marc sur une
solution sucrée de concentration croissante

3° Si les digestions sont conduites en présence de sous-acétate de plomb (5 cc. %), les polarisations sont les mêmes avec marc mordancé et marc non mordancé. La diminution de

De ces remarques découlent les observations ci-après :

1° En l'absence de sous-acétate de plomb, la digestion aqueuse à chaud de sucre et de marc dessucré conduit à l'hydrolyse des matières pectiques du marc se traduisant par une *augmentation de polarisation*, par rapport à la polarisation du même poids de saccharose traité dans les mêmes conditions en l'absence de marc, augmentation d'autant

Les matières pectiques fixées par le traitement au sous-acétate n'interviennent plus et la fixation du sucre par le marc n'est plus masquée par la polarisation dextrogyre des produits de l'hydrolyse.

L'absorption du sucre paraît dépendre plus de la richesse du milieu en sucre que du poids du marc en présence.

polarisation observée paraît dépendre à la fois du poids du marc et du poids du sucre en contact.

Dans le cas présent, la diminution est moindre que celle constatée avec l'emploi du marc mordancé sans sous-acétate de plomb, car elle est compensée en partie par la diminution de volume du liquide de digestion occasionnée par le précipité plombique.

(Pour 16,29 râpure, volume précipité = 0 cc. 313).

4° Les deux actions antagonistes :

a) *Fixation du sucre par le marc.*

b) *Diminution du volume de liquide* diffusant due à la présence du marc et du précipité plombique,

paraissent pratiquement se compenser et dans les présentes expériences le chiffre trouvé pour la polarisation d'un poids de sucre donné, mis en présence d'un poids de marc de 0 gr. 5 à 1 gr. 5 et de 5 cc. de sous-acétate, dans un ballon complété à 100 cc., a été identique à la polarisation d'un même poids de sucre dissous dans 100 cc.

On peut donc admettre que, dans la limite des richesses et de la composition courantes, et sous réserve que la pulpe sera réduite à une extrême finesse et que la digestion sera opérée à chaud avec un volume complété préalablement à 100 cc., le chiffre donné par l'analyse approchera la réalité de très près.

CONCLUSIONS GÉNÉRALES

De l'ensemble des travaux qui précèdent se dégagent les conclusions générales ci-après :

1° Toutes autres conditions égales, *le résultat de l'analyse de la betterave par digestion aqueuse est sous la dépendance étroite de la texture de la pulpe.*

Les polarisations observées sont d'autant plus élevées que la pulpe est plus fine.

L'influence de la finesse de la râpure croît avec la richesse saccharine du liquide de digestion.

L'emploi du hêche-viande pour l'obtention de la pulpe destinée à l'analyse est à écarter.

2° *Les anomalies observées dans l'analyse de la betterave par digestion aqueuse proviennent de la présence du marc et du précipité plombique dans le ballon de digestion.*

Les différences entre les valeurs théoriques et les valeurs observées sont d'autant plus grandes que :

Le volume de l'insoluble est plus grand ;

Le milieu est plus riche en sucre ;

La râpure est plus grosse.

3° *Les valeurs admises en France pour les volumes occupés par le marc insoluble et le précipité plombique sont trop faibles.* Elles conduisent à faire la digestion aqueuse dans un volume de solvant trop petit, ce qui a pour conséquence une augmentation de la polarisation.

4° *Le marc et le précipité plombique retiennent par adsorption une partie du sucre dissous.* L'adsorption étant plus forte pour le corps dissous que pour le solvant, elle entraîne une diminution de la polarisation.

5° *Pratiquement, dans les limites des richesses et des compositions courantes, et sous réserve :*

- a) Que la pulpe sera extrêmement fine ;
- b) Que la digestion sera opérée à chaud ;
- c) Que le flacon sera complété à 100 cc. pour le poids normal de 16 gr. 29 ;

On peut admettre que les deux actions antagonistes :

Fixation du sucre par absorption sur la pulpe et le précipité plombique et augmentation de polarisation par suite de la diminution du volume du solvant, *se compensent et que le chiffre donné par l'analyse approche la réalité de très près.*

Ces recherches semblent donc démontrer la nécessité, pour avoir des analyses industrielles comparables entre elles, de préciser très exactement dans leurs détails, non seulement les méthodes d'analyses proprement dites, mais encore la préparation et le prélèvement des échantillons à analyser.

Ces remarques sont vraies pour toutes les analyses.

BIBLIOGRAPHIE

- 1° SAILLARD. — *Betterave et Sucrerie de Betterave*, 1, p. 177.
- 2° MARTRAIRE. — *Congrès de Bruxelles* 1935, section 7, vol. I, p. 96, et vol. 3, p. 166.
- 3° BOULLANGER. — *Distillerie Agricole et Industrielle*, 1, p. 75-76.
- 4° SAILLARD. — *Betterave et Sucrerie de Betterave*, 1, p. 182.
- 5° KOPECKY. — *Zeit. d. Ver. Deutsch. Zuckerind.*, A. 1931, V. 31, p. 447.
- 6° VALLE. — *Bulletin Association Chimistes Sucrerie*, 1933, n° 4, p. 180.
- 7° MARTRAIRE. — *Congrès de Paris* 1934, section I, vol. I, p. 4, et *Bul. Assoc. Chim.*, 1936, p. 609.
- 8° KROEKER. — *Bulletin Association Chimistes*, 1895, p. 631.
- 9° HOG Lund. — *Bulletin Association Chimistes*, 1905, p. 693.
- 10° PELLET. — *Bulletin Association Chimistes*, 1906-1907.
- 11° PÉRARD, MARTRAIRE. — *Bulletin Association Chimistes*, 1935, p. 775.
- 12° PÉRARD. — *Les phénomènes d'absorption (thèse de doctorat ès-sciences)*.
- 13° H. COLIN. — *Bulletin Association Chimistes* 1935, p. 101.
- 14° H. COLIN. — *Institut Belge pour l'Amélioration de la Betterave* 1935, n° 5, p. 261.
- 15° Mlle CHAUDUN. — *Bulletin Association Chimistes*, 1935, p. 425.
- 16° VONDRAK. — *Z. d. Eschst-Zuckerindust.*, 1927, 9, p. 165.
- 17° WOHRZEK. — *Chimie et Industrie du Sucre*, 1931, p. 220.
- 18° PÉRARD. — *Bulletin Association Chimistes*, 1935, p. 170.

CHAPITRE II

Dosage de l'alcool

I. — DOSAGE DE L'ALCOOL DANS LES VINS PAR DISTILLATION

Tous les distillateurs et tous les chimistes de distillerie ont remarqué que, avec des appareils de distillation fonctionnant bien, l'alcool effectivement recueilli en bac est supérieur à la quantité calculée d'après les données du laboratoire. En d'autres termes, le degré moyen des vins résultant des opérations de régie est supérieur au degré moyen donné par le laboratoire ; la différence peut atteindre 4 à 5/10 de degré, ce qui représente un écart de 10 %. Le résultat péchant par défaut est constant et pratiquement inévitable en opérant suivant les techniques usuelles et ce, pour plusieurs raisons.

a) Influence du gaz carbonique dissous et de l'air expulsé.

Les vins soumis à la distillation sont sursaturés de CO_2 qui s'échappe du liquide au cours de la période de chauffage et au début de la période d'ébullition.

Il résulte de nos essais, qu'un vin de betteraves à 5° G. L. contient une moyenne de 1 gr. 031 de CO_2 par litre, soit 0 lit. 576 à 20°/760.

Or, ce gaz en mélange avec les vapeurs d'un distillat très riche se sature d'alcool qui sera d'autant plus imparfaitement condensé que l'allure de la distillation sera rapide et les réfrigérants plus imparfaits.

Même remarque en ce qui concerne l'air expulsé de l'appareil distillatoire du réfrigérant, de la fiole réceptrice, dont les volumes peuvent atteindre 2 à 3-4 fois le volume du liquide distillé suivant l'appareillage employé.

De plus, il est très rare que l'extrémité du réfrigérant soit prolongée par un tube effilé plongeant dans l'eau d'abord, dans

le distillat ensuite, pour éviter que les vapeurs d'alcool s'échappent sans se condenser ou se dissoudre.

Comme il y a perte d'alcool au cours de la distillation, et qu'en fin d'opération, la fiole est affleurée à un volume déterminé par addition d'eau, un certain volume de liquide peu dense est remplacé par de l'eau, ce qui augmente la densité du mélange et, partant, entraîne une diminution de degré.

Or, pour les liquides alcooliques de 4 à 7° Gay-Lussac, 13
richesse moyenne des vins, une différence de densité de $\frac{13}{10.000}$
entraîne une différence de 1/10 de degré.

D'autre part, la substitution d'un millimètre cube d'eau à un millimètre cube d'alcool entraîne une augmentation de masse de 0 mmg. 206, soit plus de 1/10 de degré.

L'erreur due à l'entraînement d'alcool par les éléments incondensables du distillat est telle que les résultats obtenus ne sont qu'approchés si un certain nombre de conditions opératoires ne sont pas remplies, à savoir :

1° Distillation lente ;

2° Volume total de l'appareillage aussi réduit que possible ;

3° *Réfrigérant très efficace capable de donner un distillat à une température voisine de 15° ;*

4° Réfrigérant terminé par un tube effilé plongeant dans l'eau pour le lavage des gaz non condensables dégagés au début de la distillation.

b) *Prise du degré.*

Le liquide recueilli, il faut en prendre le degré. Cette opération d'apparence simple demande beaucoup de soins pour être faite correctement.

En distillerie de betteraves, où le vin soumis à la distillation mousse dangereusement, il est de pratique courante d'ajouter des matières grasses dans la chaudière de l'alambic pour éviter les débordements. L'huile ajoutée, entraînée en partie par la vapeur d'eau, vient surnager à la surface du distillat dont elle modifie la tension superficielle. Dans ces conditions, l'alcoomètre ne flotte plus librement et ce, d'autant plus que des particules grasses risquent d'y adhérer, et par suite de modifier son poids.

c) *Résultats de laboratoire.*

Pour illustrer les remarques qui précèdent, nous avons effectué au cours de la dernière campagne l'analyse de vins de provenances les plus diverses par la méthode officielle et la méthode chimique ; les résultats ont été les suivants :

Numéros	Distillation et alcoométrie	Méthode chimique	Différence
1	4.50	4.80	0.30
2	3.90	4.25	0.35
3	7.70	7.93	0.23
4	5.00	5.25	0.25
5	6.90	7.42	0.52
6	7.00	7.35	0.35
7	5.90	6.34	0.44
8	3.60	4.05	0.45
Moyenne :	5.56	5.92	0.36

soit une différence de 6 %.

d) *Comparaisons entre les richesses alcooliques des vins et de leurs distillats, déterminées par alcoométrie et par oxydation.*

	Essai N° 1	Essai N° 2
Alcool % dans le vin :		
Méthode chimique	6° 98	9° 03
Alcool dans le distillat :		
Alcoométrie	6° 40	8° 65
Méthode chimique	6° 42	8° 69
Différence	0° 56	0° 34

Dans tous les essais, la méthode officielle a conduit à l'obtention de résultats inférieurs à ceux obtenus par la méthode chimique.

e) *Considérations théoriques.*

Un vin à 5° G. L. émet, d'après Sorel, des vapeurs à 35° 75, soit à 29,62 en poids, de densité par rapport à l'air d = 0,914, et dont les tensions sont à :

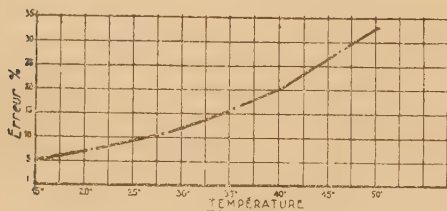
	15°	20°	25°	30°	40°	50°
en mm. de Hg.	19.00	25.10	33.80	46.2	77.0	128.1

Dans ces conditions, la saturation d'un litre de gaz correspond à un poids de vapeurs alcooliques de :

Poids des vapeurs (en gr.)....	0,024	0,034	0,047	0,061	0,102	0,164
Poids de l'alcool (en mmgr.)..	6,66	9,8	12,9	16,8	28,1	45,3
Soit % (en mmgr.)	0,66	0,98	1,29	1,68	2,81	4,53
Volume (en mm ³)	0,88	1,22	1,62	2,10	3,52	5,66
Augmentation de masse correspondant pour 2 volumes de gaz (en mmgr.)	0,35	0,49	0,64	0,34	1,40	2,26
Baisse de degré	2.5/10	3.5/10	4.5/10	6/10	1.0	1.60

Ainsi, les pertes par saturation des gaz non condensables sont, pour l'exemple choisi, de 5 % à 15°, de 7 % à 20°, de 9 % à 25°, de 12 % à 30°, de 20 % à 40° et de 32 % à 50°.

La progression rapide de l'erreur montre toute l'importance de la réfrigération des vapeurs, dans la conduite de la distillation, et condamne les batteries d'alambics dans lesquelles la même eau de refroidissement parcourt successivement tous les réfrigérants.



COURBE N° 1

Pourcentage de l'erreur due à l'entraînement d'alcool par les gaz incondensables pour un vin à 5°, en fonction de la température du distillat.

(Volume des gaz = 2)

(Volume liquide = 1)

Dans le dosage de l'alcool par distillation et densimétrie, l'importance de l'erreur due à l'entraînement d'alcool par les gaz incondensables, croît très rapidement quand la température de coulage du distillat croît.

Par contre, pour les vins de degrés usuels, 4 à 10° G. L., l'ordre de grandeur de l'erreur paraît être indépendante de leur degré alcoolique et être fonction de la température de coulage.

Or, les pertes d'alcool entraînant ces erreurs considérables — de 5,65 % à 13 % pour des températures comprises entre 15 et 30° — sont très faibles en valeur absolue et s'établissent à une moyenne de 4/10000 de l'alcool distillé à 15°, à 5/10.000 à 20°, à 6,8/10.000 à 25°, à 9/10.000 à 30°.

Dans ces conditions, il est normal qu'une méthode chimique bien pratiquée conduise toujours à un résultat supérieur à celui donné par la méthode physique.

Les techniques d'oxydation permettent de doser l'alcool total contenu dans le distillat. Or, la quantité recueillie ne diffère que de 4 à 10/10.000 de la quantité contenue dans la prise d'essai.

Dans ces conditions, le résultat de l'analyse n'en est pas affecté, l'erreur ne dépassant pas la limite de sensibilité et de précision de la méthode employée.

Ceci nous conduit à l'étude des méthodes chimiques et aux conditions dans lesquelles elles doivent être employées.

II. — DOSAGE DE L'ALCOOL PAR LES MÉTHODES CHIMIQUES

Les méthodes chimiques employées pour le dosage de l'alcool sont basées sur son oxydation, soit par le mélange sulfochromique, soit par le permanganate de potasse.

La plupart sont une variante du procédé Martin et ne s'en distinguent que par le mode de titrage du bichromate restant en excès après oxydation de l'alcool.

M. Martin recommandait de titrer cet excès au sulfate ferreux ammoniacal en suivant la réaction par des touches sur des gouttes de ferrocyanure de K.

Depuis, ce mode opératoire a été remplacé par l'emploi d'un colorant d'oxydation qui rend la méthode plus rapide.

D'autres ajoutent un excès de sulfate de fer titré en retour par le permanganate.

Enfin, certaines méthodes recommandent de titrer le bichromate restant par iodométrie en présence ou en l'absence d'empois d'amidon.

Dans les techniques où il est fait appel au $\text{MnO}^4 \text{ K}$, comme agent d'oxydation, l'excès de solution oxydante est titré en retour par $\text{MnO}^4 \text{ K}$ après addition d'acide oxalique.

Quelle que soit la technique adoptée, il est contre-indiqué de procéder au dosage en deux temps : distillation d'abord, oxydation ensuite.

Pour les raisons que nous venons d'indiquer, il est nécessaire que les gaz qui s'échappent au début de la distillation et les vapeurs arrivent dans le mélange oxydant afin de supprimer les pertes inhérentes à toute distillation discontinue.

a) Remarques au sujet des méthodes faisant appel à l'iodométrie.

Une remarque s'impose au sujet des méthodes qui titrent le bichromate en excès, par réduction de l'iodure de potassium avec dosage de l'iode mis en liberté.

En premier lieu, il est illusoire de préparer par dissolution d'un poids d'hyposulfite dans l'eau une solution équimoléculaire par rapport à l'iode et partant, au bichromate.

L'hyposulfite pur est difficile à sécher ; lorsqu'on le chauffe à l'étuve, il fond à 48° et perd son eau de cristallisation en quantité variable suivant le temps et la température de dessiccation, sa composition n'est pas définie.

D'autre part, les solutions d'hyposulfite sont décomposées par CO_2 et elles s'altèrent rapidement en donnant de l'acide sulfureux et du soufre ; même stabilisées à la soude ou au borax, elles sont sujettes à variation.

Dans ces conditions, le dosage ne peut être rigoureux que si l'on titre périodiquement l'hyposulfite par rapport au bichromate dans un essai à blanc.

En deuxième lieu, la solution d'iodure de potassium doit être ajoutée au mélange sulfo-chromique dilué et refroidi sous peine de perdre de l'iode par volatilisation.

En dernier lieu, une cause d'erreur réside dans la propriété qu'a l'iode de se fixer sur les acides gras à liaisons multiples, c'est l'indice d'iode connu de tous les chimistes.

Or, en distillerie, on utilise des dégras comme anti-mousse, et ces composés tiennent leurs propriétés des huiles qui entrent dans leur composition. Circonstance aggravante, la plupart sont fabriqués à partir d'huiles de poisson dont l'indice d'iode varie de 150 à 200 (Indice d'iode = Poids d'iode fixé par 100 de produit).

Aux matières grasses normalement présentes dans les vins du fait des dégras, le chimiste en ajoute une nouvelle quantité pour éviter les mousses au cours de la distillation. Les glycérides sont entraînés par la vapeur d'eau, et au cours du titrage ils fixeront une partie d'iode qui échappera au dosage.

Les trois causes d'erreur signalées agissent dans le même sens et tendent à diminuer la quantité d'iode titrée, et par suite à donner une valeur trop grande à la quantité de bichromate ayant participé à l'oxydation, d'où l'obtention d'un titre trop élevé pour les liquides alcooliques examinés.

Si dans un dosage d'alcool dans les vinasses, l'erreur peut passer inaperçue, par contre, dans un dosage d'alcool dans les vins, elle est de l'ordre de plusieurs dixièmes de degré.

III. — INFLUENCES DE DIFFÉRENTS FACTEURS SUR LES RÉSULTATS DONNÉS PAR LES MÉTHODES CHIMIQUES

Il ne suffit d'ailleurs pas d'appliquer une méthode théoriquement exacte et sans critique pour arriver à un résultat analytique fidèle, il faut observer certaines règles et certaines précautions dans la façon de conduire les opérations.

Dans tous les essais qui suivent, la méthode chimique appliquée a été la méthode Martin telle qu'elle a été décrite par l'auteur au Congrès de Chimie Industrielle de septembre 1925, avec deux variantes.

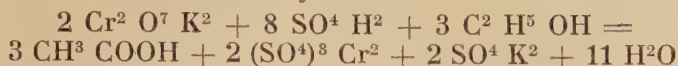
1° La touche au ferricyanure a été remplacée par l'emploi du colorant d'oxydation.

2° La distillation est faite dans un mélange oxydant *froid* et ce, pour favoriser la condensation des vapeurs, la dissolution de l'alcool dans l'acide sulfurique et la diminution de la tension des vapeurs condensées.

La solution oxydante contenait 33 gr. 832 de Cr^{+2} 0^7 K^2 et 250 cc. de SO^4H^2 par litre. (1 cc. = 0 cc. 01 d'alcool).

a) *Influence de la teneur en acide sulfurique du mélange oxydant sur le résultat de l'analyse.*

Suivant la réaction d'oxydation :



295 gr. de bichromate correspondent à 784 grs d'acide sulfu-
rique, et la liqueur à 33 gr. 8 par litre devrait contenir 46 gr.
soit 25 cc. d'acide pur.

En fait, toutes les liqueurs en contiennent beaucoup plus, et
la teneur en acide du mélange oxydant varie de 500 à 250 cc.
par litre.

Cette concentration est nécessaire pour que l'oxydation se
fasse dans les conditions de l'expérience ainsi que le montrent
les essais ci-après.

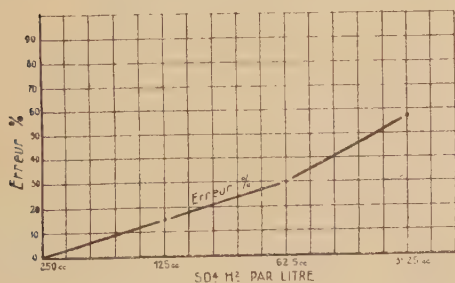
Pour éliminer l'influence du facteur température pouvant
résulter du fait que le distillat d'un même volume de liquide
alcoolique était recueilli dans un volume plus grand pour les
liqueurs oxydantes diluées, les 4 ballons ont été portés à 100°
avant titrage.

Essai N° 1

$$\text{Rapport} = \frac{\text{Volume d'alcool à oxyder : 0,037}}{\text{Titre oxydant du mélange : 0,050}} = 0,74$$

Temps de distillation : 20'

cc.							Diff. 0/0
a) $\text{SO}^4 \text{H}^2$, 250	p. lit.	mélange oxydant	Sulfate	3.8	Alc. %	9.435	
b) $\text{SO}^4 \text{H}^2$, 125	p. lit.	mélange oxydant	Sulfate	5.4	Alc. %	8.145	14.8
c) $\text{SO}^4 \text{H}^2$, 62.5	p. lit.	mélange oxydant	Sulfate	6.4	Alc. %	6.614	30.0
d) $\text{SO}^4 \text{H}^2$, 31.25	p. lit.	mélange oxydant	Sulfate	10.6	Alc. %	3.950	58.0



COURBE N° 2

Erreur dans le dosage de l'alcool
par oxydation en fonction de la
teneur en acide du mélange
oxydant.

Ainsi toute dilution du liquide oxydant entraîne une dimi-
nution de la vitesse d'oxydation, ce qui condamne la pratique
qui consiste à ajouter de l'eau froide au bichromate pour con-
denser les vapeurs distillées qui s'échappent par un barbotage
trop violent.

$$\text{b) Influence du rapport } R = \frac{\text{Volume alcool à oxyder}}{\text{Titre oxydant du mélange chromique}}$$

Conditions de l'expérience : Mélange chromique 5 cc.

Temps de distillation 20' pour allure lente.

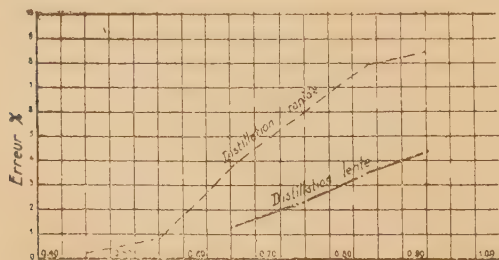
Temps de distillation 10' pour allure rapide.

Volume de liquide alcoolique soumis à la distillation 10 cc.

Vin à 9.353 %.

R	cc.	Allure lente : Temps 20'				Allure rapide : Temps 10'			
		Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %	Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %
0,047									
—	= 0,94	1,6	8,966	0,387	4,15	2,2	8,58	0,758	8,15
0,050									
0,0428									
—	= 0,85	2,9	9,031	0,322	3,50	3,5	8,60	0,738	7,95
0,050									
0,0381									
—	= 0,76	4,1	9,122	0,221	2,38	4,6	8,785	0,553	6
0,050									
0,0329									
—	= 0,66	5,5	9,214	0,139	1,49	5,9	8,988	0,350	3,75
0,050									
0,0282									
—	= 0,56	6,8	9,353			6,9	9,246	0,092	0,99
0,050									
0,0235									
—	= 0,47					8,0	9,340	0,013	0,14
0,050									
Titre sulfate = 15,5									

Pratiquement, on réalisera les meilleures conditions quand le pouvoir oxydant de mélange chromique utilisé sera le double de la quantité d'alcool à oxyder. La valeur du rapport R devra être d'autant plus petite que l'allure de la distillation sera plus rapide.



COURBE N° 3

Erreur % dans le dosage de l'alcool par oxydation en fonction
de R $\frac{\text{Volume alcool à oxyder}}{\text{Titre oxydant du mélange}}$

e) *Influence de l'allure de la distillation
sur le résultat analytique*

Liqueur alcoolique à 9°032 % diluée 10 cc. dans 250 cc.
Prise d'essai 10 cc. dans les deux vases, additionnée de 10 cc.
d'eau dans la deuxième série. $R = 0,73$.

Liqueur oxydante 5 cc. Titre du sulfate 15,5.

Remarques

La vitesse de distillation du premier ballon correspondait
à une ébullition tumultueuse avec barbotage violent des va-
peurs dans le mélange oxydant. La vitesse de distillation du der-
nier était juste suffisante pour équilibrer la contre-pression due
à la condensation des vapeurs dans la tubulure. Dans ce dernier
cas, la totalité du distillat est arrivée liquide dans le mélange
oxydant.

Alcool dans la prise d'essai 0 cc. 036

Temps	Contenu dans 10 cc.				Temps	Contenu dans 20 cc.			
	Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %		Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %
5'	5,3	8,225	0,795	8,82	10	5,7	7,902	1,118	12,40
7'	4,9	8,547	0,473	5,25	12	5,0	8,467	0,553	6,15
11'	4,6	8,790	0,230	2,55	15	4,6	8,790	0,230	2,55
18'	4,3	9,020			44	4,3	9,020		

(Voir la courbe N° 4, page suivante)

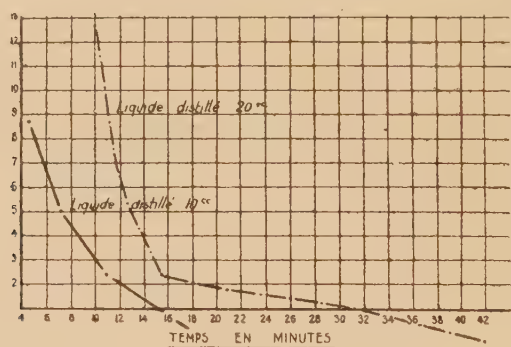
Comme dans les conditions de l'analyse, l'oxydation des
vapeurs d'alcool est incomplète si elles traversent par barbot-
tage le mélange oxydant, il importe de régler l'allure de la dis-
tillation de telle manière qu'il y ait condensation du distillat
soit dans la tubulure, soit dans le mélange chromique.

A remarquer qu'une distillation lente entraîne une augmen-
tation de la durée de l'oxydation.

Influence du volume distillé. — Conditions des essais :

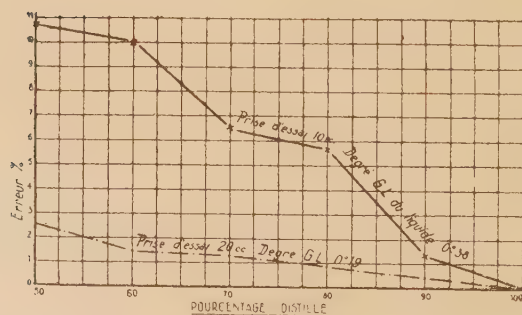
Liqueur chromique 5 cc. Titre du sulfate 15,6. Liqueur al-
coolique à 9,532 % diluée 10 cc. dans 250 cc. $R = 0,76$. Prise
d'essai 10 cc. de dilution distillée sans addition d'eau dans le
premier cas. Titre Gay-Lussac = 0,38. Avec addition d'eau dans
le second. Titre Gay-Lussac = 0,19.

Volume distillé							Volume distillé						
	Temps	Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %			Temps	Sulfate	Alcool %	Différence	Erreur %	
5	50 %	5	5,0	8,492	1,033	10,60	10	50 %	20'	4,0	9,292	0,270	2,84
6	60 %	10	4,9	8,572	0,953	10,00	12	60 %	20'	3,9	9,375	0,157	1,65
7	70 %	15	4,5	8,892	0,633	6,65	14	70 %	20'	3,9	9,375	0,157	1,65
8	80 %	20	4,4	8,972	0,553	5,82	16	80 %	25'	3,8	9,452	0,080	0,84
9	90 %	25	3,9	9,375	0,150	1,58	18	90 %	30'	3,8	9,452	0,080	0,84
P S	Total	30	3,7	9,525			20	100 %	30'	3,7	9,532	0	



COURBE N° 4

Erreur % dans le dosage de l'alcool par oxydation
en fonction de l'heure de la distillation



COURBE N° 5

Erreur % dans le dosage de l'alcool par oxydation
en fonction du pourcentage distillé

L'examen des courbes ci-dessus fait ressortir que l'analyse gagne en précision quand la prise d'essai est diluée.

Comme dans l'essai présent l'allure de la distillation est la même dans les deux cas, la durée de contact, distillat, liqueur oxydante est plus grande quand la prise d'essai a été diluée de moitié.

Néanmoins, dans l'un et l'autre cas, pour recueillir la totalité de l'alcool contenu dans la prise d'essai, il est nécessaire d'en distiller les 90 %.

e) Conclusions. — Conditions à réaliser dans le dosage de l'alcool par oxydation.

Il résulte des essais qui précèdent que dans le dosage de l'alcool par oxydation, il est nécessaire de suivre une technique rigoureuse et bien définie pour obtenir des résultats fidèles et comparables entre eux, en particulier les règles générales suivantes devront être observées :

1° La liqueur oxydante contiendra au minimum 250 cc. d'acide sulfurique par litre.

2° La prise d'essai contiendra au maximum la moitié de l'alcool qui pourrait être théoriquement oxydé par la liqueur oxydante.

3° La vitesse de distillation du liquide alcoolique sera aussi réduite que possible et l'allure en sera telle que les vapeurs dégagées seront entièrement condensées par le mélange oxydant.

4° La distillation sera poussée jusqu'à 85 à 90 % du volume de la prise d'essai.

Remarque

Les liquides de fermentation sont des milieux complexes dans lesquels l'alcool ne constitue pas le seul élément pouvant être oxydé par un mélange sulfo-chromique.

Des essais actuellement en cours ont pour objet d'étudier l'influence des composés normaux et anormaux des vins et des vinasses, sur le résultat de l'analyse.

CHAPITRE III

Inversion du saccharose des jus de betteraves par l'acide sulfurique

I. — Preamble.

Préconisé en 1824 par le célèbre chimiste Dubrunfaut, l'emploi de l'acide sulfurique dans la préparation des moûts de betteraves est depuis longtemps de pratique courante et générale. A remarquer que la découverte de Dubrunfaut n'a été mise en pratique qu'en 1852, soit après 28 ans.

Le rôle de l'acide ajouté est complexe. Il déplace les acides organiques du jus de betteraves de leurs combinaisons en les libérant, ce qui modifie à la fois la composition et la réaction du milieu.

Il gêne le développement des ferments de maladie et permet de travailler avec des fermentations pures et partant d'obtenir des rendements en alcool améliorés.

Ajouté au cours de l'extraction, il facilite la diffusion du sucre et l'épuisement de la cossette par le liquide diffuseur.

Et enfin, *l'acide sulfurique ajouté commence l'inversion du saccharose en glucose et lévulose* ; c'est l'étude de ce dernier point qui fait l'objet des essais qui suivent.

II. — Méthodes analytiques.

L'acidité des moûts destinés aux essais a été obtenue par addition d'un certain volume d'une solution d'acide sulfurique titrée.

a) Dosage des sucres. — Chaque échantillon a été polarisé avant et après inversion.

Le saccharose a été calculé en appliquant la formule Clerget :

$$S = \frac{(A + B) \times 100}{144-1/2 t}$$

La technique d'inversion adoptée a été celle préconisée par Clerget.

Les réducteurs ont été dosés par la liqueur de Fehling *titrée en saccharose*. Dans les tableaux qui suivent, les réducteurs sont portés pour leur équivalent de saccharose.

b) Coefficient d'inversion. — Le coefficient figurant dans les tableaux représente le rapport du sucre inverti pendant le

$$\text{temps considéré au sucre non inverti : } \frac{x}{a - x} = K$$

Les facteurs étudiés sont :

a) L'influence de l'acidité du milieu.

b) Influence de la température.

c) Influence du temps de chauffage.

d) Influence de la concentration du moût en sucre.

e) *pH*. — Les *pH* ont été déterminés par la méthode colorimétrique avec le nécessaire Bruère.

Pour les *pH* de 6 à 7, le colorant employé a été le bleu de bromothymol.

De 4,4 à 6, le rouge de méthyle.

De 3 à 2, le bleu de thymol.

Etant donné le mode opératoire employé et les zones de détermination (fortes acidités, *pH* inférieurs à 3), les chiffres donnés n'ont pas une précision rigoureuse.

D'ailleurs, si l'on veut bien considérer la notation de Soerensen, on remarquera qu'une différence de *pH* de 0,3, (logarithme de 2) entre 2 *pH*, entraîne une variation du simple au double dans la concentration en ions hydrogène.

Ainsi <i>pH</i> 2,9 correspond à la concentration	1,25
	1.000
	1,60
<i>pH</i> 2,8 correspond à la concentration	1.000
	2,00
<i>pH</i> 2,7 correspond à la concentration	1.000
	2,50
<i>pH</i> 2,6 correspond à la concentration	1.000

Remarque. — La méthode Clerget employée pour doser le saccharose dans un mélange de saccharose et de sucre inverti conduit à un chiffre trop élevé pour le saccharose.

Cette erreur par excès ne modifie en rien les conclusions des précédents essais.

A. — *Influence de la teneur du moût en acide sulfurique sur l'inversion du saccharose*

Un moût de betteraves contenant 67 gr. 43 de sucre par litre a été additionné de doses d'acide croissantes, chauffé pendant 1 heure, dont 20 minutes pour atteindre 90° et 40 minutes à 90°.

En fin d'analyse, les résultats ont été les suivants :

TABLEAU N° 1

Numéros	pH	Acide par litre	Polarisation		Clerget	Saccharose % cc.	Réducteurs % cc.	Sucres totaux	Réducteurs %	K
			avant inversion	après inversion						
1	6,3	témoin	41,4	—13,75	41,4	6,743	0,060	6,803	0,88	0,008
2	4,4	0,5	40,5	—13,75	40,4	6,581	0,196	6,777	2,80	0,03
3	2,8	1,0	31,7	—13,75	33,9	5,521	1,311	6,832	19,40	0,23
4	2,7	1,50	19,4	—13,75	24,7	4,023	2,790	6,813	41,25	0,69
5	2,7	2,00	5,20	—13,75	14,7	2,296	4,444	6,740	65,60	1,94
6	2,6	2,50	—3,8	—13,75	8,0	1,303	5,454	6,757	80,80	4,19

B. — *Influence de la température de chauffage d'un jus de betteraves additionné d'acide sulfurique sur l'inversion du saccharose*

I. — *Technique de l'essai.* — Le jus de betteraves destiné au présent essai a été réparti dans des flacons de 100 cc. et a reçu :

Première série d'essais : 1 gr. 00 d'acide sulfurique par litre.

Deuxième série d'essais : 1 gr. 50 d'acide sulfurique par litre.

Troisième série d'essais : 2 fr. d'acide sulfurique par litre.

Les flacons acidulés ont été répartis par groupes de 3, comprenant 1 échantillon à 1 gr., 1 à 1 gr. 50 et 1 à 2 gr.

Chaque groupe a été chauffé au bain-marie (thermomètre contrôlé plongeant dans le liquide en expérience) aux températures suivantes :

Premier groupe : 10 minutes à 50° plus temps nécessaire pour atteindre 50°.

Deuxième groupe : 40 minutes à 60° plus temps nécessaire pour atteindre 60°.

Troisième groupe : 40 minutes à 70° plus temps nécessaire pour atteindre 70°.

Quatrième groupe : 40 minutes à 80° plus temps nécessaire pour atteindre 80°.

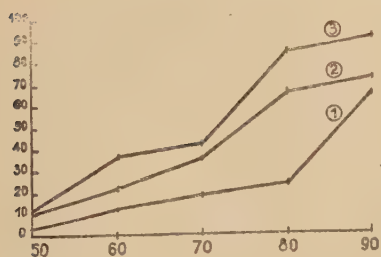
Cinquième groupe : 40 minutes à 90° plus temps nécessaire pour atteindre 90°.

Les résultats de ces différents essais sont groupés dans les tableaux 2 et 3 ci-après et illustrés par les courbes 1 et 2.

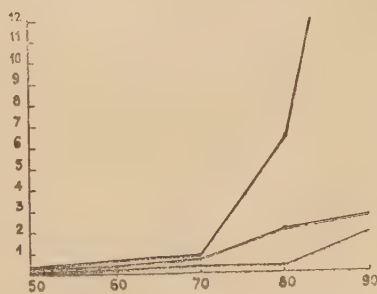
TABLEAU N° 2

Influence de la température de chauffage d'un jus de betteraves acidulé à l'acide sulfurique, sur la formation du sucre inverti. (Sucre inverti % gr. de sucres totaux).

Température de chauffage	Acidité 1 gr. SO_4H^2 par litre pH = 2,6	Acidité 1 gr. 50 SO_4H^2 par litre pH = 2,50	Acidité 2 gr. SO_4H^2 par litre pH = 2,45
	[1]	[2]	[3]
50°	3,45	10,25	11,11
60°	12,35	21,85	36,52
70°	19,65	37,55	43,71
80°	24,20	67,22	86,01
90°	66,25	73,55	95,23



COURBE 1. — Variation du pourcentage d'inverti en fonction de la température de chauffage.



COURBE 2. — Variation du coefficient d'inversion en fonction de la température de chauffage.

TABLEAU N° 3

Variations du coefficient d'inversion d'un jus de betteraves acidulé à SO^4H^2 , en fonction de la température de chauffage.

Température	Acidité 1 gr. par litre pH = 2,6	Acidité 1 gr. 50 par litre pH = 2,5	Acidité 2 gr. par litre pH = 2,45
50°	0,03	0,11	0,12
60°	0,14	0,22	0,58
70°	0,24	0,48	0,77
80°	0,32	2,08	6,45
90°	1,98	2,73	21,42

C. — *Influence du temps de chauffage d'un moût de betteraves acidulé à l'acide sulfurique, sur la formation du sucre inverti*

Comme pour l'essai B, le jus de betteraves destiné à l'essai C a reçu pour la première série :

1 gr. d'acide sulfurique par litre. pH = 2,6.

Pour la deuxième série :

1 gr. 50 d'acide sulfurique par litre. pH = 2,5.

Pour la troisième série :

2 gr. d'acide sulfurique par litre. pH = 2,45.

Un flacon de chaque série a constitué l'un des groupes chauffés à 90°, pendant les temps ci-après :

1^{er} groupe : 10 minutes à 90°.

2^e groupe : 20 minutes à 90°.

3^e groupe : 30 minutes à 90°.

4^e groupe : 40 minutes à 90°.

Tous les flacons ont été mis dans le bain en même temps et pour tous les essais ; le temps nécessaire pour passer de la température ambiante à celle de 90° a été le même.

La température de 90° est celle atteinte par le jus, objet des essais, et non celle du bain.

Les résultats de trois essais sont groupés dans les tableaux 4, 5, 5 bis, 5 ter, 5 quater, et illustrés par les courbes 3, 4, 4 bis, 4 ter, 4 quater.

Pour comparer les coefficients d'inversion K, il est nécessaire de les ramener par le calcul à un même temps de chauffage.

Dans ce but, il a été admis que l'inversion était constante du début à la fin du chauffage et que la quantité d'inverti formée dans les mêmes conditions expérimentales était proportionnelle à la durée du chauffage.

La valeur décroissante de K, pour la même unité de temps, montre que cette hypothèse est inexacte et que l'inversion très rapide au début diminue quand la durée du chauffage s'accroît.

TABLEAU N° 4

Variations du pourcentage du sucre inverti en fonction du temps de chauffage, dans un moût de betteraves acidulé à l'acide sulfurique.

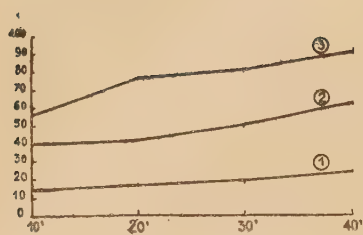
Temps de chauffage	Acidité 1 gr. par litre pH = 2,6 [1]	Acidité 1 gr. 50 par litre pH = 2,50 [2]	Acidité 2 gr. par litre pH = 2,45 [3]
10'	14,80	40,00	57,30
20'	17,30	42,60	77,10
30'	20,30	51,50	81,50
40'	24,60	63,40	92,50

TABLEAU N° 5

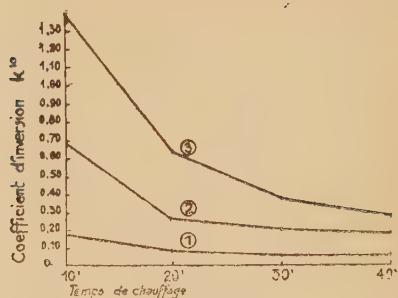
Variation du coefficient d'inversion en fonction du temps de chauffage.

a) Pour 10 minutes de chauffage à 90° :

	Numéros	Temps de chauffage	Sucres totaux a	Inverti pendant t x	Inverti en 10 min. t x'	Sucre non inverti a - x''	Coefficient d'inversion K ₁₀
1 gr. d'acide par litre [1]							
	1	10'	8,230	1,242	1,242	6,988	0,17
	2	20'	8,230	1,454	0,727	7,503	0,09
	3	30'	8,230	1,706	0,568	7,662	0,07
	4	40'	8,230	2,068	0,517	7,713	0,06
1 gr. 5 d'acide par litre [2]							
	1	10'	8,230	3,356	3,356	4,874	0,68
	2	20'	8,230	3,582	1,791	6,439	0,27
	3	30'	8,230	4,363	1,454	6,771	0,21
	4	40'	8,230	5,333	1,333	6,897	0,19
2 gr. d'acide par litre [3]							
	1	10'	8,230	4,800	4,800	3,430	1,39
	2	20'	8,230	6,486	3,243	4,987	0,64
	3	30'	8,230	6,856	2,286	5,944	0,38
	4	40'	8,230	7,741	1,935	6,295	0,30



COURBE 3. — Variations de la teneur en inverti % gr. en fonction du temps de chauffage.

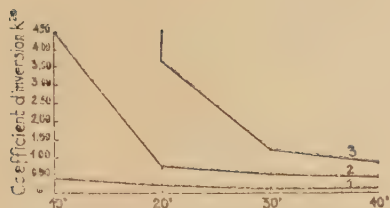


COURBE 4. — Variations du coefficient d'inversion en fonction du temps de chauffage. (Temps de chauffage : 10').

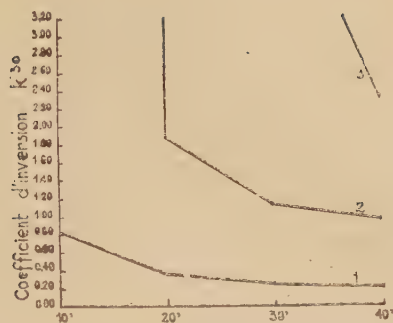
TABLEAU N° 5 BIS

b) 20 minutes de chauffage à 90° :

Numéros	Temps de chauffage	Sucres totaux α	Inverti pendant t x	Inverti pendant 20 min. x''	Sucres non inverti $\alpha - x''$	Coefficient K_{20}
1 gr. d'acide par litre						
[1]						
1	10'	8,23	1,242	2,484	5,75	0,42
2	20'	8,23	1,454	1,454	6,78	0,21
3	30'	8,23	1,706	1,137	7,10	0,16
4	40'	8,23	2,068	1,034	7,20	0,14
1 gr. 5 d'acide par litre						
[2]						
1	10'	8,23	3,356	6,712	1,52	4,45
2	20'	8,23	3,582	3,582	4,65	0,77
3	30'	8,23	4,363	2,922	5,31	0,55
4	40'	8,23	5,333	2,666	5,57	0,51
2 gr. d'acide par litre						
[3]						
1	10'	8,23	4,800	8,23	0	∞
2	20'	8,23	6,486	6,48	1,75	3,70
3	30'	8,23	6,857	4,57	3,66	1,24
4	40'	8,23	7,741	3,87	4,36	0,88



COURBE 4 bis. — Variations du coefficient d'inversion en fonction du temps de chauffage.
(Temps de chauffage : 20').



COURBE 4 ter. — Variations du coefficient d'inversion en fonction du temps de chauffage.
(Temps de chauffage : 30').

TABLEAU N° 5 TER

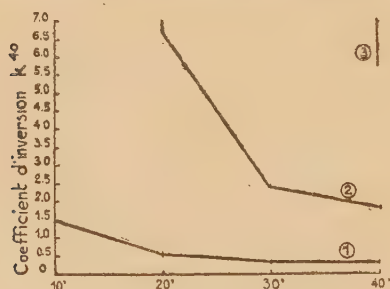
c) 30 minutes de chauffage à 90° :

	Numéros	Temps de chauffage t	Sucre initial a	Inverti pendant t x	Inverti pendant 30 min. x''	Sucre non inverti $a - x''$	K^{30}
1 gr. d'acide par litre							
	[1]						
	1	10'	8,23	1,242	3,72	4,51	0,82
	2	20'	8,23	1,454	2,18	6,05	0,36
	3	30'	8,23	1,706	1,70	6,53	0,26
	4	40'	8,23	2,068	1,55	6,68	0,23
1 gr. 5 d'acide par litre							
	[2]						
	1	10'	8,23	3,356	10,06	0	∞
	2	20'	8,23	3,582	5,373	2,86	1,87
	3	30'	8,23	4,363	4,362	3,87	1,12
	4	40'	8,23	5,333	3,99	4,24	0,95
2 gr. d'acide par litre							
	[3]						
	1	10'	8,23	4,800	14,4	0	∞
	2	20'	8,23	6,486	9,72	0	∞
	3	30'	8,23	6,856	6,85	4,97	4,97
	4	40'	8,23	1,945	5,80	2,35	2,35

TABLEAU N° 5 QUATER

d) 40 minutes de chauffage à 90° :

	Numéros	Temps de chauffage t	Sucre initial a	Inverti dans le temps x	Inverti en 40 min. x'''	Sucre non inverti $a - x'''$	K^{40}
1 gr. d'acide par litre [1]							
	1	10'	8,23	1,242	4,96	3,27	1,51
	2	20'	8,23	1,454	2,90	5,33	0,55
	3	30'	8,23	1,706	2,27	5,96	0,38
	4	40'	8,23	2,068	2,06	6,17	0,33
1 gr. 5 d'acide par litre [2]							
	1	10'	8,23	3,356	13,42	0	∞
	2	20'	8,23	3,582	7,16	1,07	6,70
	3	30'	8,23	4,363	5,81	2,42	2,39
	4	40'	8,23	5,333	5,33	2,90	1,84
2 gr. d'acide par litre [3]							
	1	10'	8,23	4,800	19,20	0	∞
	2	20'	8,23	6,486	12,97	0	∞
	3	30'	8,23	6,857	9,14	0	∞
	4	40'	8,23	7,741	7,73	0,50	5,79



COURBE 4 quater. — Variations du coefficient d'inversion en fonction du temps de chauffage. $T = 40'$.

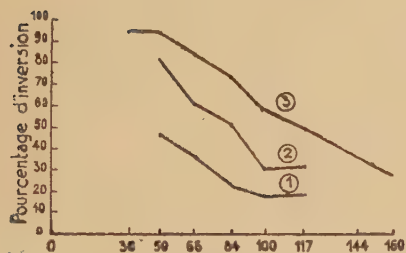
D. — *Influence de la concentration en saccharose d'un moût de betteraves acidulé à l'acide sulfurique sur la formation du sucre inverti en cours de chauffage*

Technique de l'essai. — Pour obtenir des échantillons de jus de betteraves à des concentrations croissantes et connues et à même pureté, le jus de pression a été réparti dans un certain

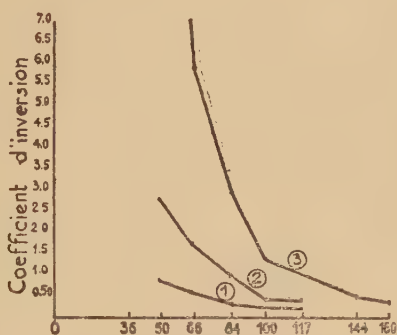
nombre de ballons qui ont reçu respectivement 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90 cc. de jus, le volume étant complété à 100 par de l'eau distillée.

Les flacons préparés et acidulés comme il est dit ci-après ont été portés 40 minutes à 90°, température qui avait été atteinte en 20'. La durée du chauffage a donc été d'une heure au total.

Les résultats des essais effectués avec les acidités sulfuriques de 1 gr., 1 gr. 5, 2 gr. par litre, sont groupés, comme précédemment, dans les tableaux 6 et 7 et illustrés par les courbes 5 et 6.



COURBE 5. — Variation du pourcentage d'inverti en fonction de la concentration en sucre.



COURBE 6. — Variation du coefficient d'inversion en fonction de la concentration en sucre.

TABLEAU N° 6

Variations du pourcentage de sucre inverti, en fonction de la concentration en saccharose, dans un moût de betteraves acidulé à l'acide sulfurique.

Sucre par litre en gr.	Acide 1 gr. par litre [1]	Acide 1 gr. 50 par litre [2]	Acide 2 gr. par litre [3]
36			95,54
50	46,60	82,74	95,04
66	37,48	62,83	85,34
84	22,66	51,62	74,53
100	18,18	30,85	59,01
117	18,40	31,76	50,85
144			36,62
160			28,56

TABLEAU N° 7

Variations du coefficient d'inversion en fonction de la richesse en saccharose d'un jus de betteraves acidulé par SO^4H^2 . Chauffage 40° à 90°.

Sucre par litre en gr.	Acide 1 gr. par litre [1]	Acide 1 gr. 50 par litre [2]	Acide 2 gr. par litre [3]
36			20,04
50	0,87	2,78	19,10
66	0,60	1,76	5,80
84	0,29	1,04	2,23
100	0,22	0,46	1,42
117	0,22	0,44	1,03
144			0,57
160			0,40

E. — Conclusions

Dans les conditions des essais et pour les jus de betteraves qui en ont fait l'objet, on peut tirer les conclusions suivantes sur l'action des facteurs : dose d'acide, température, temps de chauffage et concentration, dans l'inversion du saccharose par l'acide sulfurique.

1° *Influence de la teneur du moût en acide sulfurique.* — Pour les mêmes conditions de concentration et de chauffage, la quantité de sucre inverti croît avec la dose d'acide. Cet accroissement n'est pas proportionnel à la dose d'acide ; faible pour les acidités sulfuriques, allant jusqu'à 0 gr. 50 par litre, il est important à partir de 1 gr. par litre.

La dose minima d'acide sulfurique à partir de laquelle l'inversion croît rapidement, diminue par une augmentation de température.

2° *Influence de la température de chauffage.* — Pour un jus de betteraves de même concentration, de même acidité sulfurique chauffé pendant le même temps, la quantité d'inverti formé croît avec la température.

L'accroissement lent de 50 à 70° devient à partir de cette température d'autant plus rapide que l'acidité est plus forte.

Dans un jus à 2 gr. d'acide sulfurique par litre, l'inversion est presque totale pour un chauffage de 40 minutes à 90°.

Le même résultat est atteint pour une acidité de 1 gr. 20 par litre si l'on chauffe 90 minutes à 130°.

3° *Influence du temps de chauffage.* — Pour un même jus de betteraves, de même acidité, chauffé à une même température, la quantité d'inverti formé croît avec le temps de chauffage.

Pour les faibles acidités (1 gr. par litre), l'accroissement est presque proportionnel au temps.

Pour les acidités plus élevées, 1 gr. 5 et 2 gr. par litre, l'inversion très importante au début du chauffage, va en décroissant quand le chauffage se prolonge. La quantité finale d'inverti est d'ailleurs d'autant plus forte que la durée du chauffage a été longue.

En d'autres termes, si l'inversion se poursuivait pendant toute la durée du chauffage, à la même vitesse que pendant les 10 premières minutes, tout le saccharose serait inverti en 20 minutes pour une acidité de 2 gr. par litre et en 30 minutes pour une acidité de 1 gr. 50, alors que l'expérience ne donne que 77 % d'inverti dans le premier cas et 51,5 % dans le second.

Ces chiffres ne s'appliquent qu'au jus considéré et contenant 82 gr. de sucre par litre.

4° *Influence de la concentration.* — Pour un jus, à la même acidité sulfurique, chauffé dans les mêmes conditions de température et de temps, l'inversion du saccharose diminue quand la concentration en sucre augmente.

Cette diminution est d'autant plus forte que le moût est plus riche en sucre. Ainsi, pour un jus à 50 gr. de sucre par litre et une acidité de 1 gr. de SO^4H^2 , l'inverti représente 46 % après un chauffage de 40 minutes à 90°.

Dans les mêmes conditions de chauffage et d'acidité, un moût à 100 gr. de sucre par litre ne contient plus que 18 % de sucre inverti.

5° *Conclusions générales appliquées à la pratique de la distillerie de betteraves.* — Des conclusions qui précèdent, on peut déduire que, dans un moût de betteraves normales, extrait dans des conditions normales, la teneur en sucre inverti sera toujours faible pour les raisons suivantes :

a) Acidité. — En marche normale, la teneur moyenne d'un moût de distillerie de betteraves est d'environ 1 gr. 50 à 2 gr. par litre d'acidité totale exprimée en SO^4H^2 .

Or, cette acidité est constituée par les acides organiques déplacés de leurs combinaisons par l'acide sulfurique ajouté au cours de l'extraction, par les acides provenant de la fermentation si on travaille à la vinasse, et enfin par l'acide sulfurique libre.

Pratiquement, il résulte des moyennes des analyses de jus de diffusion effectuées au laboratoire du Syndicat de la Distil-

lerie Agricole que *l'acide sulfurique libre représente la moitié de l'acidité totale*, soit une moyenne de 0 gr. 70 à 1 gr. par litre de moût de betteraves.

Dans certaines usines, ce chiffre n'est même pas atteint, le moût allant à la fermentation titrant 1 gr. à 1 gr. 20 d'acidité totale.

L'acidité sulfurique libre oscille donc en pratique industrielle *entre 0 gr. 50 et 1 gr. par litre*.

A cette dose, l'effet hydrolysant est faible.

b) Température. — En distillerie, l'acide est souvent ajouté dans le diffuseur ou le macérateur de tête où la température est d'environ 50° ; certaines usines, pour ménager leur matériel, ajoutent l'acide aux bacs jaugeurs.

En diffusion, le maximum de température n'est atteint que dans le troisième diffuseur compté en partant de la tête et encore cette température n'excède pas 80°.

En macération, la température la plus élevée se relève sur le macérateur de queue où elle peut atteindre 85 et même 90°.

Dans les deux modes d'extraction, l'acide ajouté en tête a été entraîné en presque totalité par le moût de soutirage extrait du récipient de tête. Voici pour une batterie de diffusion les températures et les acidités relevées dans les différents diffuseurs :

Numéros	Tête	2	3	4	5	6	7	8
Température	56	63	67	68	66	58	48	35
Acidité gr. par litre								
après soutirage ..	0.48	0.40	0.32	0.20	0.18	0.15	0.10	0.08

En fait, la température favorisant l'hydrolyse excède rarement 50° ; or, l'inversion n'est marquée qu'à partir de 70° ainsi qu'il a été établi au paragraphe B.

c) Temps de chauffage. — Ce temps est court.

Bien que la durée de contact entre la cossette et le liquide diffusant soit comprise entre 80 et 360 minutes, suivant que l'on travaille avec une diffusion ou une macération, on ne peut considérer que le temps de contact dans le récipient de tête qui reçoit l'acide.

Le soutirage et le meîchage d'un diffuseur se fait en 7 à 10 minutes.

Celui d'une macération Déom de 4 à 5 cuves dure environ 1 heure 30 à 1 heure 40.

Or, pendant le soutirage, le liquide qui est animé d'une certaine vitesse se renouvelle. Si l'on soutire à 150 litres de jus par 100 kgs en diffusion, le temps de séjour dans le récipient de tête sera d'environ 6 à 8 minutes.

En macération, pour un soutirage de 200 litres, le temps de contact sera de 40 à 50 minutes.

d) Concentration. — En diffusion, la richesse des moûts est comprise entre 110 et 120 gr. de sucre par litre.

En macération, la richesse saccharine des moûts oscille entre 80 et 90 gr. de sucre par litre.

Ces concentrations relativement élevées ont pour effet de diminuer le pouvoir inversif de l'acide présent dans le moût. Les essais qui précèdent ont établi que pour une acidité de 1 gr. par litre, le pourcentage d'inverti était :

De 46 % dans un moût à 50 gr. de sucre par litre, et

De 18 % dans un moût à 100 gr. de sucre par litre,
dans les mêmes conditions de chauffage et de température.

Pour les raisons précédentes, à savoir :

Faible acidité : 0 gr. 50 à 1 gr. par litre SO^4H^2 libre.

Température de chauffage : environ 50°.

Temps de chauffage : 10 à 40 minutes.

Concentration : 80 à 120 gr. de sucre par litre,

agissant toutes dans le même sens, la proportion d'inverti dans les jus de betteraves allant en fermentation, sera faible.

Les nombreuses déterminations faites à ce sujet ont toujours montré que la proportion de sucre inverti dans les jus était très faible. Dans ces conditions, tout le travail de l'inversion est laissé à la levure qui devra apporter la sucrase nécessaire à la transformation du saccharose.

Ce point très important lors de la mise en fermentation des moûts n'est pas toujours réalisé dans la pratique et il arrive que des départs lents, des fermentations languissantes n'ont d'autre cause que la non transformation du saccharose en sucre inverti fermentescible.

Ce point fait d'ailleurs l'objet du chapitre 4 du présent travail.

CHAPITRE IV

Influence de l'inversion partielle du saccharose des jus de betteraves sur la marche de la fermentation

A. — GÉNÉRALITÉS.

Dans le chapitre précédent, nous avons cherché à établir quelle était l'influence des facteurs acidité, temps, température, concentration en sucre, sur l'inversion du saccharose contenu dans le jus de betteraves, par l'acide sulfurique ajouté à la diffusion.

Les conclusions auxquelles nous sommes arrivés établissent que, dans les conditions de la *pratique industrielle*, la proportion de sucre inverti dans le moût allant en fermentation est variable et sous la dépendance de la technique adoptée.

Cette inversion préalable, plus ou moins poussée du saccharose destiné à subir la fermentation alcoolique a-t-elle une influence sur la marche générale de la fermentation ?

Les essais qui suivent ont pour objet de répondre à cette question.

A cet effet, des fermentations ont été réalisées sur des moûts de même concentration, contenant des proportions variables de sucre inverti, avec deux variétés de levures très employées en distillerie de betteraves.

L'une, *Levure A*, connue pour donner un très haut rendement en alcool, mais avec départ long et quelquefois difficile, l'autre, *Levure B*, donnant un rendement alcoolique moins élevé, mais assurant des départs très rapides.

2° Technique des essais.

Le moût destiné aux essais était du jus de betterave, contenant des proportions de sucre inverti, variables et connues.

Tous les flacons ont été stérilisés par chauffage à 130° pendant 30 minutes.

L'acide sulfurique a été ajouté, après refroidissement, à la même dose dans tous les flacons.

Les flacons ont été ensemencés avec la même quantité de

levure liquide et mis à l'étuve à 30°. Toutes les observations ont été faites à la même heure.

3° Méthodes analytiques.

a) *Acidité*. — Dosée à la soude par touche au tournesol. Les acidités sont exprimées en acide sulfurique par litre.

b) *Alcool*. — Dosé par la méthode chimique suivant la technique exposée au chapitre II.

c) *Sucre*. — Pour chaque échantillon, on a déterminé :

1. Le pouvoir rotatoire direct.
2. Le pouvoir rotatoire après inversion.
3. Le pouvoir réducteur direct.
4. Le pouvoir réducteur après inversion.

Le saccharose porté est celui obtenu par l'application de la formule Clerget.

$$S = \frac{A + B \times 100}{144 - \frac{1}{2} t}$$

Les réducteurs sont exprimés en saccharose.

d) *Le pouvoir rotatoire spécifique* a été obtenu par application de la formule classique :

$$\alpha_D = \frac{\alpha \times 100}{2 p}$$

α = rotation observée (en degrés polarimétriques).

p = poids du sucre dans 100.

Les proportions respectives de glucose et de lévulose ont été calculées en prenant comme pouvoir rotatoire les chiffres suivants :

Glucose : + 52°.

Lévulose : — 90°.

e) *Le rendement industriel* s'entend alcool en volume, ramené à 100° pour 100 de sucre en poids, *mis en fermentation*.

Le rendement absolu exprime le volume d'alcool 100° pour 100 de sucre *effectivement disparu*.

f) *Numération des cellules*. — Les levures ont été comptées au compte cellules suivant la technique habituelle, avec ou sans dilution suivant l'abondance de levures.

Le dépôt des cellules a été remis en suspension par agitation. Le prélèvement s'est fait à la pipette dans la masse du liquide.

g) *Pouvoir végétatif*. — Représente le rapport :

Cellules p. cc. au moment de l'examen

= P. V.

Cellules p. cc. à l'ensemencement

Le pouvoir végétatif journalier représente le rapport entre le nombre de cellules trouvées par cc. à 24 heures d'intervalle.

h) *Pouvoir ferment.* — Dans les essais qui suivent, le P. F. exprime le rapport du sucre disparu rapporté à 100 grammes, au nombre de levures par millionième de centimètre cube.

Cette base, différente de celle habituellement adoptée, a été choisie parce qu'elle donne une idée assez précise et facilement chiffrable de la disparition du sucre en fonction du nombre de cellules.

i) *Activité.* — Exprime le sucre disparu ramené à 100 grammes par 24 heures.

Ce poids a été déterminé en pesant les flacons et en posant qu'une perte de poids de 1 gr. correspond à la disparition de 2 gr. de sucre.

(Si 1 gr. de sucre donne 0 cc. 63 d'alcool, soit 0 gr. 50022, la perte de poids entraînée par la fermentation est, en effet, 0 gr. 50 par gramme de sucre disparu.)

B. — PREMIER ESSAI.

Fermentation comparée d'un même moût de betterave avec ou sans inversion préalable du saccharose qu'il contient.

1° *Nature et composition des moûts.* — Le moût ayant servi aux essais est un moût de betterave à 95 gr. 25 de sucre par litre.

L'acidité naturelle avant addition de SO_4H_2 est de 0 gr. 15 exprimée en acide sulfurique par litre.

Il est ajouté une quantité d'acide suffisante pour que l'acidité finale mesurée soit de 2 gr. 25 par litre (mesurée après stérilisation pour les flacons 1 et 2 et ajouté après chauffage pour 1 — pour ne pas invertir pendant la stérilisation).

L'analyse donnait les résultats suivants pour les flacons 1 et 2 (tableau I).

TABLEAU 1

Flacons	Moût non inverti	Moût inverti
	1	2
Polarisation directe	54,23	—19,70
Polarisation après inversion	—19,70	—19,70
Clerget	55,17	0
Inverti (ramené en saccharose)..	0,55	9,525
Saccharose	8,975	0
Sucres totaux	9,525	9,525
Inverti %	5,70	100,00
Acidité	2,30	2,30

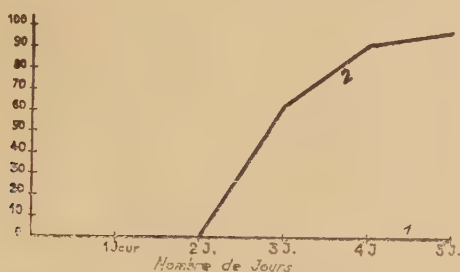
2° *Ensemencements.* — Les 2 flacons ont reçu 10 cc. de levure liquide pour 500 cc. de moût, contenant 130×10^6 cellules

les par cc. Au départ, le moût contenait $\frac{130 \times 10^6 \times 10}{510}$

254×10^4 cellules par cc.

La levure employée était la variété A.

3° *Marche de la fermentation.* — Le flacon 2 part après 24 heures et la perte de poids est rapide après 48 heures.



COURBE N° 1

Sucre disparu % du 1^{er} au 5^e jour dans un moût inverti et non inverti.

La multiplication de la levure est normale.

Le flacon 1 ne part pas ; après s'être multipliées avec lenteur pendant les trois premiers jours, les cellules ne se multiplient plus à partir du quatrième. La levure paraît gênée par l'acidité trop forte.

Pesées

	1 ^{er} jour	2 ^e jour	3 ^e jour	4 ^e jour	5 ^e jour
Flacon 1	1065	1065	1065	1065	1065
Flacon 2	980	980	965	958	956

Perte de poids rapportée à 100 gr.

	1 ^{er} jour	2 ^e jour	3 ^e jour	4 ^e jour	5 ^e jour
Flacon 1	0	0	0	0	0
Flacon 2	0	0	31,4	46	49,50

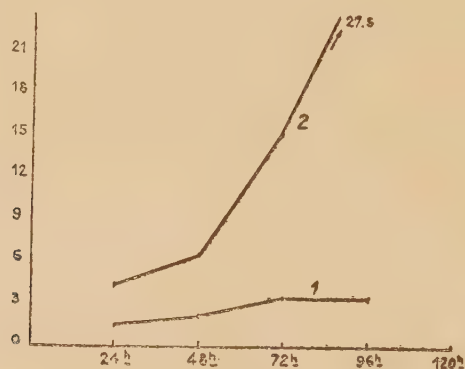
Sucre disparu rapporté à 100 gr. (activité)

	1 ^{er} jour	2 ^e jour	3 ^e jour	4 ^e jour	5 ^e jour
Flacon 1	0	0	0	0	0
Flacon 2	0	0	62,8	92	99

La prolifération, les pouvoirs végétatif et ferment définis page 72 sont donnés dans le tableau II ci-après :

Prolifération, Pouvoir ferment, Pouvoir végétatif

	Moût non inverti (1)	Moût inverti (2)
Cellules initiales par cc. ...	254×10^4	254×10^4
Après 24 h.	400×10^4	1200×10^4
Pouvoir végétatif	1,57	4,72
Pouvoir ferment	0	0
Cellules après 48 h.	700×10^4	1700×10^4
Pouvoir végétatif	2,75	6,69
Pouvoir ferment	0	3,69
Cellules après 72 h.	900×10^4	4000×10^4
Pouvoir végétatif	3,54	15,70
Pouvoir ferment	0	2,30
Cellules après 90 h.	900×10^4	7000×10^4
Pouvoir végétatif	3,54	27,50
Pouvoir ferment	0	1,41



COURBE N° 2

Variation du pouvoir végétatif en fonction du temps dans un moût non inverti (1) et inverti (2)

TABLEAU 2

4° *Analyse des moûts après fermentation.* — La fermentation terminée dans le flacon (2), les deux liquides ont été analysés ; les résultats se trouvent rassemblés dans le tableau 3.

5° *Conclusions.* — Dans les conditions de l'expérience, le moût non inverti n'a subi aucune fermentation, alors que le moût inverti a donné un très bon rendement sucre alcool.

La levure gênée par l'acidité élevée du milieu ne s'est pas développée dans le flacon non inverti et de ce fait la sécrétion de sucrase a été insuffisante pour transformer le saccharose en sucres fermentescibles.

TABLEAU 3
Analyses des moûts 1 et 2 après fermentation

	Moût 1	Moût 2
Acidité	2,30	3,20
Augmentation	0	0,90
Saccharose	8,175	
Inverti	1,35	0,104
Sucre restant	9,525	0,104
Sucre disparu	0	9,471
Alcool	0	6°
Rendement absolu	0	63,35
Rendement industriel	0	62,66

On remarquera que dans le flacon 2 la fermentation s'est poursuivie normalement, malgré l'acidité élevée, bien que l'ensemencement ait été fait avec une levure sensible aux fortes doses de SO^4H^2 .

C. — DEUXIÈME ESSAI.

L'essai précédent a été repris en ajoutant au moût moins d'acide sulfurique et en faisant l'ensemencement de deux séries de flacons ; l'un avec la *levure A*, l'autre avec la *levure B*.

1. Composition du moût avant fermentation.

A l'analyse, le moût avait la composition suivante :

TABLEAU 4

	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	inverti	non inverti
Flacons	1	2	3	4
Acidité	1,25	1,25	1,25	1,25
Polarisation directe	23,6	52,1	23,60	52,1
Polarisation après inversion.	—18,8	—18,8	—18,8	—18,8
Polarisation Clerget	31,4	52,5	31,4	52,5
Saccharose Clerget	5,114	8,551	5,114	8,551
Inverti exprimé en saccharose	3,437	0	3,437	0
Sucres totaux	8,551	8,551	8,551	8,551
Réducteurs %	40 %	0	40 %	0

2. Ensemencements.

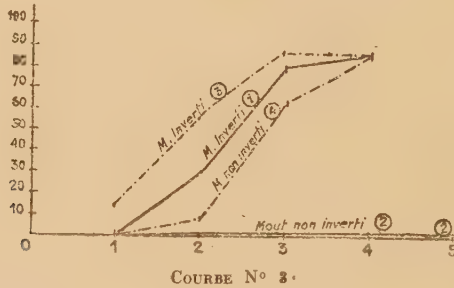
Un flacon contenant 500 cc. de moût partiellement inverti et un second contenant 500 cc. de moût non inverti, ont été ensemencés avec 10 cc. de levure A contenant $25 \times 10^6 \times 10$ cellules au cc. Au départ, le nombre de cellules par cc. de moût était $25 \times 10^6 \times 10$

composition a été ensemencée avec la levure *B* contenant 20×10^6 au cc. Pour cette dernière, le nombre de cellules au cc. était au départ de $\frac{510}{20 \times 10^6 \times 10} = 39 \times 10^4$. Les flacons ense-

mencés ont été portés à l'étuve à 30°.

3. Marche de la fermentation.

Les flacons 1, 3, 4 sont partis après 24 heures. Le dégagement de CO_2 et la perte de poids sont sensibles dans 3. Après 48 heures, 1 a perdu 7 gr. ; 2 ne bouge pas, 3 a perdu 12 gr. et 4 en a perdu 2. *Le flacon 2 ne partira que le 8^e jour.*



Sucre disparu pour % gr. dans un moût inverti et non inverti
Pour levures A et B

TABLEAU 5
Pesées journalières

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	non inverti
	1	2	3	4
Poids au départ	1042	1075	1065	1030
Après 24 heures	1042	1075	1062	1030
Après 48 heures	1035	1075	1053	1028
Après 72 heures	1025	1075	1047	1017
Après 96 heures	1020	1075	1043	1013

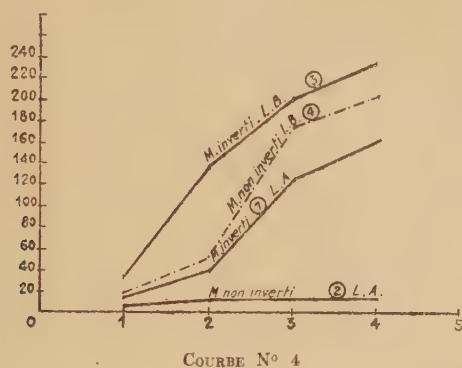
Perte de poids pour 100 de sucre

Premier jour	0	0	7,15	0
Deuxième jour	16,60	0	28,50	4,75
Troisième jour	40,50	0	43,00	31,00
Quatrième jour	43,00	0	43,00	42,00

Sucre disparu pour 100 (activité)

Premier jour	0	0	14,36	0
Deuxième jour	33,20	0	57,00	8,50
Troisième jour	81,00	0	86,00	62,00
Quatrième jour	86,00	0	86,00	84,00

Le tableau 6 ci-après donne les pouvoirs ferment et végétatif par jour, ainsi que le nombre de cellules en cc.

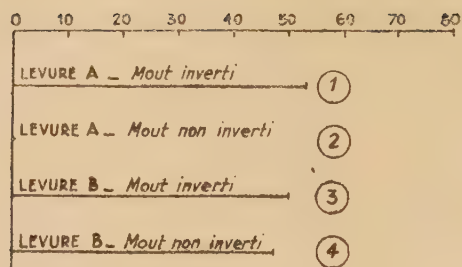


Variations du pouvoir végétatif en fonction du temps pour des moûts de betteraves invertis et non invertis, ensemencés avec les levures A et B.

TABLEAU 6

Prolifération. — Pouvoirs ferment et végétatif

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti 1	non inverti 2	Moût inverti 3	non inverti 4
Départ				
Cellules par cc....	49×10^4	49×10^4	39×10^4	39×10^4
Après 24 heures .	700×10^4	200×10^4	1400×10^4	600×10^4
Pouvoir végétatif .	14,2	4,08	35,9	15,4
Pouvoir ferment ..	0	0	1,02	0
Après 48 heures .	2000×10^4	500×10^4	5500×10^4	2000×10^4
Pouvoir végétatif .	40,8	10,1	140	51,25
Pouvoir ferment ..	1,16	0	1,03	4,25
Après 72 heures .	6000×10^4	600×10^4	8000×10^4	7000×10^4
Pouvoir végétatif ..	122,50	12,2	204	178,9
Pouvoir ferment ..	1,35	0	1,07	0,88
Après 96 heures .	8000×10^4	600×10^4	10000×10^4	8000×10^4
Pouvoir végétatif .	163	12,20	256	204,2
Pouvoir ferment ..	1,07	0	0,86	1,05



COURBE N° 5

Rendement sucre-alcool

4. Résultats analytiques.

Après 96 heures à l'étuve, les flacons ont été analysés et ont donné les résultats ci-après :

TABLEAU 7

Flacons	Levure A		Levure B	
	1	2	3	4
Alcool	4,50	0	4,30	4,20
Acidité finale	2,90		2,90	2,90
Augmentation	1,65		1,65	1,65
Sucre restant	1,24		1,24	1,24
Sucre disparu	7,31	0	7,28	7,11
Rendement absolu ..	61,56		59,06	59,00
Rendement industriel	52,6	0	50,25	49,00
Inverti pour 100 cc. ..		1,260		
Inverti % S. totaux.		14,70		

5. Conclusions.

Dans les conditions de l'expérience et pour les deux espèces de levures expérimentées, l'inversion préalable d'une partie du jus de betterave a eu une heureuse influence sur la marche ultérieure de la fermentation.

En ce qui concerne la *levure A*, la différence est tellement nette entre flacon inverti et flacon non inverti, que dans ce dernier la fermentation ne part pas. Elle ne partira que le huitième jour. Pendant les quatre premiers jours de l'essai, le développement des cellules a été long et le pouvoir végétatif est passé de 4,08 à 12,20 du premier au quatrième jour, contre 14,20 à 163,00 pour le flacon contenant le moût partiellement inverti.

Pour la *levure B*, la différence d'un flacon à l'autre est moins marquée. Toutefois, le flacon inverti est toujours en

avance sur le flacon non inverti comme sucre disparu dans l'unité temps et comme pouvoir végétatif.

Le rendement alcoolique est plus élevé pour la levure A que pour la levure B et le flacon préalablement inverti a donné plus d'alcool que le non inverti.

D. — TROISIÈME SÉRIE D'ESSAIS.

Les conclusions auxquelles ont conduit les essais des deux séries précédentes sur l'influence de l'inversion préalable du saccharose des jus de betteraves, sur la marche de la fermentation alcoolique, nous ont amenés à chercher *quelle serait l'influence de doses croissantes d'inverti dans le moût destiné à subir la fermentation.*

A cet effet, il a été préparé deux séries de flacons contenant 500 cc. de jus de betteraves avec teneur en inverti croissante du premier au cinquième flacon.

La variation du taux d'inverti a été obtenue en mélangeant dans des proportions convenables un moût non inverti avec un moût inverti.

Les deux séries avaient avant ensemencement la même composition sucre total, non sucre.

L'une a étéensemencée avec la levure A.

L'autre avec la levure B.

L'analyse avant fermentation avait donné les résultats ci-après :

TABLEAU 8

1. Composition du moût avant fermentation

Flacons	1 et 6	2 et 7	3 et 8	4 et 9	5 et 10
Acidité	1,6	1,6	1,6	1,6	1,6
Polarisation directe.	49,72	46,20	43,34	40,70	33,77
Polarisation après inversion	—16,69	—16,69	—16,69	—16,69	—16,69
Clerget	49,5	46,90	44,80	42,80	37,60
Saccharose (correspondant)	8,063	7,639	7,297	6,971	6,124
Inverti ramené en saccharose	0,385	0,809	1,151	1,477	2,324
Total	8,448	8,448	8,448	8,448	8,448
Inverti pour 100 gr.	4,55	9,45	13,60	17,50	26,40

2. Ensemencements.

La première série comprenant les flacons 1, 2, 3, 4, 5 a reçu 10 cc. de levure liquide A contenant 80×10^6 cellules par cc.

Au départ le nombre de cellules par cc. était :

$$\frac{80 \times 10^6 \times 10}{510} = 157 \times 10^4$$

La seconde série, flacons 6, 7, 8, 9 et 10 a reçu 10 cc. de levure B à 50×10^6 cellules par cc. Pour cette dernière, le nombre de cellules au cc. au départ était de :

$$\frac{50 \times 10^6 \times 10}{510} = 98 \times 10^4$$

Les deux sériesensemencées ont été portées à l'étuve à 30°.

3. Marche de la fermentation.

a) Remarques sur l'allure de la fermentation.

LEVURE A

LEVURE B

1^{er} jour :

Flacons 1, 2, 3 : sans mousse.	Flacons 6, 7, 8 : sans mousse.
Flacon 4 : mousse légère, départ : CO ² .	Flacon 9 : mousse, départ CO ² .
Flacon 5 : mousse légère, départ : CO ² .	Flacon 10 : mousse, départ CO ² .

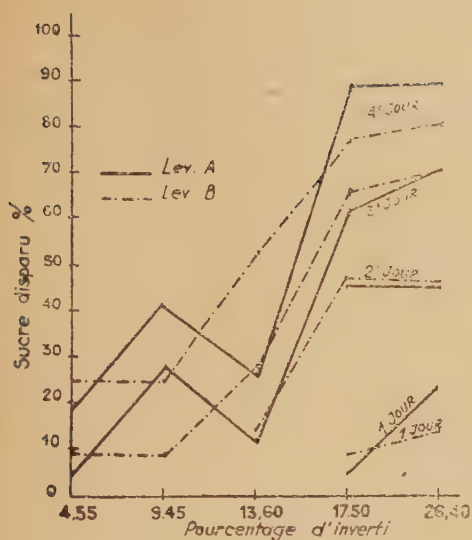
Dépôt de levure presque invisible dans 1 et 6, allant en augmentant et couvrant le fond dans 5, hauteur 1 mm. dans 10.

2^e jour :

Flacons 2 et 3 : partis.	Flacon 7 : quelques bulles.
Dépôt de levure d'autant plus grand que la proportion d'inverti est élevée.	Flacon 8 : mousse compacte. Dépôt croissant de 6 à 10.

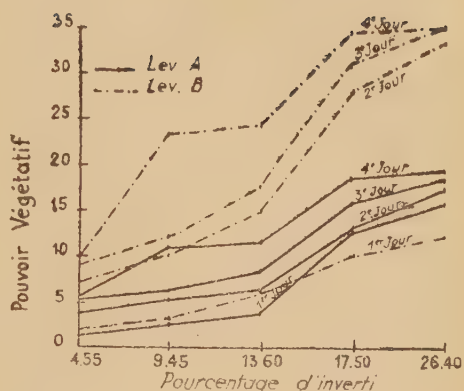
3^e jour :

Tous partis.	Tous partis.
Dépôt plus important de 5 à 1.	Dépôt croissant de 6 à 10.



COURBE N° 6

Variations du sucre disparu pour 100 gr. pour les levures A et B agissant sur des moûts contenant des doses croissantes d'inverti.



COURBE N° 7

Variation du pouvoir végétatif pour les levures A et B agissant sur des moûts contenant des doses croissantes d'inverti.

TABLEAU 9

b) Pesées journalières.

N° des flacons.	Levure A					Levure B				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Au départ...	1065	1051	1050	1105	1050	1102	1090	968	1152	1080
Après 24 h...	1065	1051	1050	1104	1045	1102	1090	968	1150	1077
Après 48 h...	1065	1051	1050	1095	1040	1102	1090	965	1142	1070
Après 72 h...	1061	1045	1047 ^s	1092	1035	1100	1088	902	1138	1065
Après 96 h...	1063	1042	1044 ^s	1087	1031	1097	1085	957	1135	1063

Perte de poids pour 100 gr. de sucre

Après 24 h...	0	0	0	2,3	11,8	0	0	0	4,75	7,15
Après 48 h...	0	0	0	23,2	23,30	0	0	7,15	23,80	28,80
Après 72 h...	2,3	14,2	6,0	31,00	35,60	4,70	4,7	14,30	33,30	35,60
Après 96 h...	9,9	21,00	13,4	44,75	45,25	12,3	12,3	26,5	39,0	40,75

Sucre disparu pour 100 gr. (activité)

Après 24 h...	0	0	0	4,6	23,6	0	0	0	9,50	14,30
Après 48 h...	0	0	0	46,40	46,40	0	0	14,30	47,60	46,80
Après 72 h...	4,6	28,4	12,0	62,00	71,20	9,4	9,4	28,60	66,60	71,20
Après 96 h...	19,80	42,0	26,8	89,50	90,50	24,6	24,6	53,00	78,00	81,5

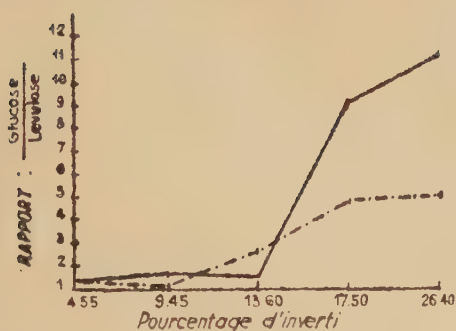
Le tableau 10 ci-après donne les pouvoirs ferments et végétatifs pour les deux espèces de levures.

TABLEAU 10

c) Prolifération

Pouvoirs ferments et végétatifs

Placons	Levure A					Levure B				
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Cellules										
Au départ ..	157×10^4	157×10^4	157×10^4	157×10^4	157×10^4	98×10^4	98×10^4	98×10^4	98×10^4	98×10^4
Après 24 h..	200×10^4	400×10^4	600×10^4	2000×10^4	2500×10^4	200×10^4	300×10^4	600×10^4	1000×10^4	1200×10^4
Pouv. végét..	1,27	2,52	3,80	12,60	15,90	2,00	3,00	6,00	10,0	12,0
Pouv. ferm..	0	0	0	0,23	0,94	0	0	0	0,95	1,16
Après 48 h..	600×10^4	800×10^4	1000×10^4	2100×10^4	2700×10^4	700×10^4	1000×10^4	1500×10^4	2800×10^4	3300×10^4
Pouv. végét..	3,80	5,10	6,38	13,30	17,2	7,0	10,0	15,0	28,0	33,0
Pouv. ferm..	0	0	0	2,20	1,71	0	0	0,95	1,67	1,42
Après 72 h..	800×10^4	1000×10^4	1300×10^4	2500×10^4	2900×10^4	900×10^4	1200×10^4	1800×10^4	3100×10^4	3500×10^4
Pouv. végét..	5,10	6,38	8,30	15,90	18,4	9,0	12,0	18,0	31,0	35,0
Pouv. ferm..	0,57	0,84	0,92	2,48	2,45	1,04	0,78	1,58	2,12	2,03
Après 96 h..	900×10^4	1700×10^4	1800×10^4	2900×10^4	3000×10^4	1000×10^4	2300×10^4	2400×10^4	3400×10^4	3500×10^4
Pouv. végét..	5,50	10,80	11,40	18,4	19,10	10,0	23,0	24,0	34,0	35,0
Pouv. ferm..	2,20	2,46	1,49	3,08	3,01	2,46	1,94	2,20	2,28	2,32
Inverti %...	4,55	9,45	13,60	17,50	26,40	4,55	9,45	13,60	17,50	26,40



COURBE N° 8

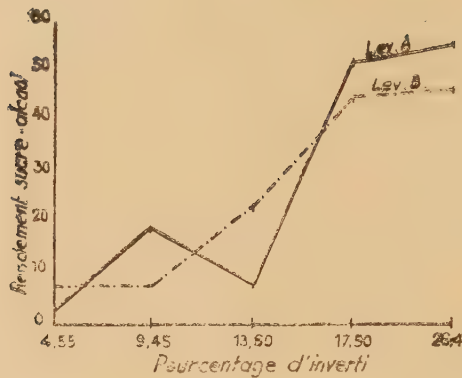
Variation du rapport $\frac{\text{lévuose}}{\text{glucose}}$ dans les sucres restants, en fonction de la levure et de la teneur initiale du moût inverti.

d) Résultats analytiques.

Après 96 heures de fermentation, les flacons ont été soumis à l'analyse, les résultats obtenus avec la variété de *levure A* sont les suivants :

TABEAU 11

<i>Levure A</i>					
Flacons.	1	2	3	4	5
Acidité	2,2	2,75	2,9	2,9	2,9
Augmentation	0,6	1,15	1,30	1,30	1,30
Polarisation directe.	+17,16	---16,5	---16,5	---6,20	---6,16
Polarisation après inversion	---18,15	---18,15	---18,15	---6,29	---6,19
Clerget	23,30	1200	1200	0	0
Réducteurs av. I exp. saccharose	2,742	4,653	6,061	0,812	0,743
Réducteurs après inversion	6,756	4,872	6,103	0,830	0,779
Saccharose	4,014	0,219	0,102	0,018	0,038
Saccharose % gr. ..	59,50	2,50	2,64	0	0
Sucre disparu	1,692	3,576	2,285	7,618	7,669
Sucre disparu % ..	19,80	42,00	26,80	89,50	90,50
Alcool	0,30	1,60	0,70	4,40	4,70
Rend. absolu	17,70	45,8	31,80	57,50	61,00
Rend. industriel	3,55	18,80	8,30	52,00	55,50
Pouvoir rotatoire, sucre restant	---3° 92	---3° 92	---3° 92	---1° 56	---1° 31
Pouvoir rotatoire spécifique	---28 ^a	---38 ^a	---30	---77 ^r	---80 ^r
Composition des sucres restants % :					
Glucose	(44,3)	37,3	43,2	8,60	6,90
Lévuose	(56,7)	62,7	56,8	91,40	95,10
Glucose					
Rapport $\frac{\text{Glucose}}{\text{Lévuose}}$..	1,28	1,67	1,31	9	11,2
Lévuose					



COURBE N° 9

Variations du rendement sucre-alcool
en fonction de la teneur initiale du moût en sucre inverti (pour un temps considéré)

TABLEAU 12

Levure B

Flacons	6	7	8	9	10
Acidité	2,1	2,1	2,9	3,1	3,1
Augmentation	0,5	0,5	1,30	1,5	1,50
Polarisation directe	—15,95	—17,05	—18,72	—11,9	—11,9
Polarisation invers.	—18,27	—18,15	—17,42	—11,46	—10,16
Clerget	1,7	0,8	0,5	0,3	0
Réduct. avant inversion.	6,061	6,142	3,739	1,599	1,387
Réduct. après inversion.	6,334	6,334	3,903	1,759	1,526
Saccharose % cc.	0,273	0,192	0,164	0,160	0,130
Saccharose % gr.	4,34	3,20	4,10		
Sucre disparu	2,114	2,114	4,545	6,689	6,922
Alcool	0,6	0,6	1,0	3,50	3,94
Rendement absolu	28,00	28,0	42,5	57,0	57,0
Rendement industriel ...	7,10	7,10	22,50	45,00	46,50
Pouvoir rotatoire (sucre restant)	—3°94	—3°92	—3°76	—2°47	—2°16
Pouv. rotatoire spécif. ..	—29°60	—29°40	—45°80	—67°	—67°5
Sucre rest. (Glucose) %	43,3	49,0	32,0	17,3	17,0
Inverti (Lévilose) % ...	56,7	51,0	68,0	82,7	83,0
Lévilose					
Rapport —————	1,29	1,03	2,50	4,70	4,92
Glucose					

5. Conclusions.

Dans les conditions où ont été réalisés les essais précédents et pour le temps pendant lequel ils se sont poursuivis, on peut en tirer les conclusions suivantes :

a) *Influence de l'inversion du saccharose du moût sur l'activité de la fermentation.*

L'activité de la fermentation (sucre disparu % pendant l'unité de temps) est d'autant plus grande que la proportion préalable d'inverti au départ est plus élevée. L'avance prise par les échantillons à forte proportion d'inverti se maintient pendant toute la durée de la fermentation.

Pour les essais considérés, toutes conditions égales, la levure A s'est montrée plus active que la levure B.

b) *Influence de l'inversion préalable du saccharose sur la prolifération et le pouvoir végétatif.*

Toutes conditions égales, le pouvoir végétatif a été d'autant plus élevé que la proportion d'inverti préalable a été plus forte.

Cet accroissement pour les teneurs en inverti croissantes s'est manifesté dès le premier jour et s'est maintenu pendant toute la durée des essais. La levure A est moins prolifique que la levure B.

c) *Influence de l'inversion préalable sur la composition du sucre restant après fermentation.*

lévulose

Le rapport $\frac{\text{lévulose}}{\text{glucose}}$ va en augmentant quand le sucre res-

glucose

tant décroît. Le phénomène est particulièrement marqué pour la levure A qui paraît transformer le glucose avant le lévulose au cours de la fermentation.

d) *Influence de l'inversion préalable partielle du saccharose du moût, sur le rendement sucre, alcool.*

Pour le temps considéré, et dans les conditions de l'expérience, le rendement sucre alcool s'est accru dans le même sens que la proportion préalable d'inverti.

Cet accroissement paraît dû en partie à la plus grande activité et au plus fort pourcentage de sucre disparu dans l'unité de temps. A remarquer que dans les flacons peu invertis, l'alcool obtenu est loin de correspondre au sucre disparu.

D. — QUATRIÈME SÉRIE D'ESSAIS.

L'inversion préalable d'une partie du saccharose ayant une influence activante sur la marche de la fermentation alcoolique, il a paru intéressant de déterminer par des analyses effectuées en cours de fermentation, les transformations que la levure faisait subir au moût de betteraves contenant des proportions différentes de sucre inverti avant ensemencement.

1. *Technique des essais. — Nature et composition du moût.*

A cet effet, il a été préparé deux séries de flacons conte-

tenant le même volume de jus de betteraves stérilisé et acidulé. L'un a été ensemencé avec la levure A, l'autre avec la levure B.

Les moûts en fermentation ont été analysés après 24, 48 et 72 heures, ce qui a permis de suivre l'influence de la sucrase de la levure et la disparition de l'inverti formé.

Le moût ayant servi aux essais avait la composition suivante (tableau 13) :

TABLEAU 13

Composition du moût de betteraves de l'essai 4

Flacons	Moût inverti	Non inverti
	1 et 3	2 et 4
Acidité	1,70	1,70
Polarisation directe	28,05	52,14
Polarisation inversion	—19°84	—19°84
Clerget	35,7	53,70
Inverti avant inversion	3,708	0,776
Inverti apr. (exprimé en saccharose) ..	9,523	9,523
Saccharose	5,677	8,609
Inverti % gr.	39,00	8,17
Pouvoir rotatoire sucre inverti	—4°29	—4°29
Pouvoir rotatoire spécifique	—21°45	—21°45
Composition centésimale du moût :		
Saccharose	61	91,84
Glucose	19,50	4,08
Lévilose	19,50	4,08
lévilose		
Rapport $\frac{\text{lévilose}}{\text{glucose}}$	1	1

2. *Ensemencement.*

Les flacons 1 et 2 ont reçu 20 cc. de levure A liquide contenant 95×10^6 cellules au cc.

$$\text{Cellules par cc. au départ} = \frac{95 \times 10^6 \times 20}{750} = 255 \times 10^4$$

Les flacons 2 et 3 ont reçu 20 cc. de levure B contenant 85×10^6 cellules au cc.

$$\text{Cellules par cc. au départ} = \frac{85 \times 10^6 \times 20}{750} = 226 \times 10^4$$

3. *Marche de la fermentation.*

Les deux séries de flacons sont portées à l'étuve à 30°.

a) *Remarques sur l'allure de la fermentation.*

Levure A

Premier jour

- (1) Une légère mousse après 9 heures.
(2) Rien.

Deuxième jour

- (1) Fermentation active.
(2) Mousse légère.

Troisième jour

- Fermentation active pour 1 et 2.

Levure B

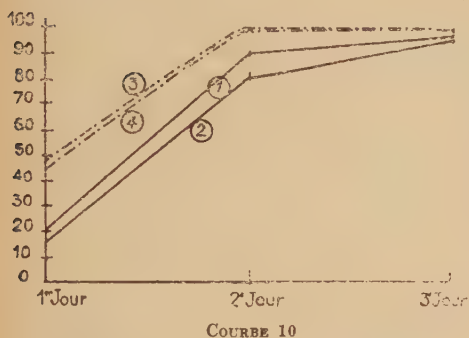
- (3-4) Mousse après 4 heures.

- (3) Part franchement après 7 heures.

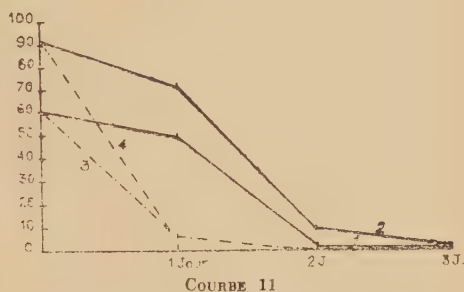
- (3 et 4) Bien partis après 9 heures.

- (3 et 4) Fermentation active.

- (3 et 4) Tombés.



Sucre disparu pour 100 gr. dans un moût inverti et non inverti en fonction du temps.



Pourcentage du sucre inverti dans le sucre restant dans deux moûts invertis partiellement et non invertis, ensemencés aux levures A et B.

TABLEAU 14

b) Sucre disparu par jour pour 100 gr.

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	non inverti
	1	2	3	4
Après 24 heures	21,00	17,80	48,60	46,50
Après 48 heures	90,00	80,25	98,80	98,70
Après 72 heures	98,62	98,60	98,80	98,80

Saccharose non inverti. % de sucre initial

Départ	61,00	91,83	61,00	91,83
Après 24 heures	50,20	72,00	5,80	5,4
Après 48 heures	0,42	9,47	0,17	0,17
Après 72 heures	0,33	0,35	0,19	0,17

Lévulose

Composition du sucre restant inverti. — Rapport

Glucose

Départ	1,0	1,0	1,0	1,0
Après 24 heures	1,14	1,11	2,03	1,82
Après 48 heures	6,75	2,66	141,00	141,00
Après 72 heures	16,00	16,00	16,00	16,00

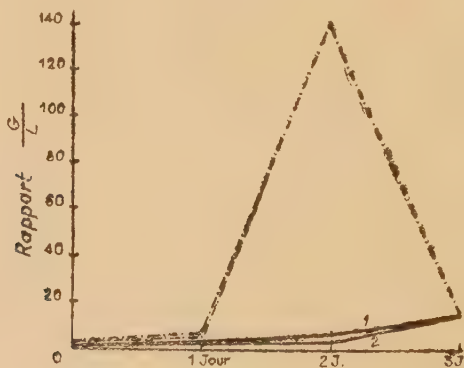
TABLEAU 15

c) Prolifération. — Pouvoir végétatif. — Pouvoir ferment.

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti.	Moût inverti	non inverti
	1	2	3	4
Cellules au départ	253×10^4	253×10^4	226×10^4	226×10^4
Cellules après 24 h.	5800×10^4	2400×10^4	8800×10^4	8800×10^4
Pouvoir végétatif..	23,8	9,6	38,8	38,8
Pouvoir ferment ..	0,36	0,74	0,55	0,53
Cellules après 48 h.	9000×10^4	9000×10^4	11000×10^4	11000×10^4
Pouvoir végétatif..	36,0	36,0	48,5	48,5
Pouvoir ferment ..	1,00	0,89	0,89	0,89
Cellules après 72 h.	11000×10^4	11000×10^4	14000×10^4	14000×10^4
Pouvoir végétatif..	44,0	44,0	62,0	62,0
Pouvoir ferment ..	0,89	0,89	0,70	0,70

4. Résultats analytiques.

Les moûts en fermentation ont été analysés tous les jours, aux mêmes heures. Les résultats de ces examens sont consignés dans les tableaux 16, 17, 18 ci-après.



COURBE 12

Variations du rapport $\frac{\text{lévulose}}{\text{glucose}}$ pour les levures A et B, dans le moût inverti au préalable, et non inverti, en fonction du temps.

TABLEAU 16

Composition du moût après 21 heures de fermentation

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	non inverti
	1	2	3	4
Réducteurs avant inversion .	3,725	2,200	4,801	5,250
Réducteurs après inversion	7,521	7,844	4,991	5,546
Saccharose % cc.	3,796	5,644	0,190	0,296
Sucre disparu	2,002	1,679	4,632	3,997
Disparu %	9,520	17,80	48,60	46,50
Alcool produit	0,665	0,564	2,667	2,217
Rendement absolu	33,15	33,60	57,50	53,25
Rendement industriel	7,00	5,95	28,00	23,15
% de réducteurs	49,50	28,20	96,00	95,0
Polarisation, sucre restant.	—18°37	—18°15	—21°53	—22°
Degrés polarimétriques ...	—3°96	—3°92	—4°65	—4°75
Pouv. rotat. spécif.	—25°06	—23°75	—44°28	—40°94

Répart. % de sucres restants

Saccharose	50,2	72,0	3,80	5,4
Glucose	20,6	10,6	30,50	32,00
Lévuiose	29,2	17,4	65,70	62,60

% Sucre Inverti :

Glucose	46,5	47,4	33,1	35,4
Lévuiose	53,5	52,6	66,9	64,6
Lévuiose				
	1,14	1,11	2,03	1,82
Glucose				

TABLEAU 17

Composition du moût après 48 heures de fermentation

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	n. inverti
	1	2	3	4
Réducteurs avant inversion	0,900	0,980	0,103	0,123
Réducteurs après inversion	0,947	1,894	0,119	0,137
Saccharose	0,047	0,914	0,016	0,014
Sucre disparu	8,576	7,629	9,404	9,386
Sucre disparu %	90,00	80,25	98,80	98,70
Alcool produit	5,06	4,00	5,62	5,40
Rendement absolu	59,00	52,50	59,60	57,60
Rendement industriel	53,40	42,10	59,00	56,80
% de réducteurs	95,00	51,50	95,00	95,00
Polarisation sucre avant inversion	—6°77	—9°68	—1°20	—1°20
Degrés polarimétriques ...	—1°46	—2°09	—0°22	—0°22
Polarisation spécif.	—73°5	—52°1	—91°	—91°

% de sucre restant :

Saccharose	5,0	48,50	4	4
Glucose	9,5	2,75	0	0
Lévuiose	85,50	48,75	96	96

Sucre inverti :

Glucose	12,9	27,7	0,7	0,7
Lévuiose	87,1	72,3	99,3	99,3
Lévuiose				
<u>Glucose</u>	6,75	2,66	141,00	141,0

TABLEAU 18

Composition du moût après 72 heures de fermentation

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	n. inverti
	1	2	3	4
Réducteurs avant inversion	0,116	0,122	0,108	0,113
Réducteurs après inversion	0,148	0,156	0,137	0,132
Saccharose	0,032	0,034	0,019	0,019
Sucre disparu	9,375	9,367	9,386	9,371
Sucre disparu %	98,68	98,60	98,80	98,80
Alcool Martin	5,798	5,720	5,798	5,460
Alcool distillation	5,300	5,200	5,200	5,10
Rendement absolu	61,75	61,00	61,75	58,50
Rendement industriel	61,00	60,25	61,00	57,50
Polarisation avant inversion	—1°3	—1°3	—1°3	—1°3
Degrés polarimétriques ..	—0°27	—0°27	—0°27	—0°27
Pouvoir rotat. spécif.	—85°	—85°	—85°	—85°

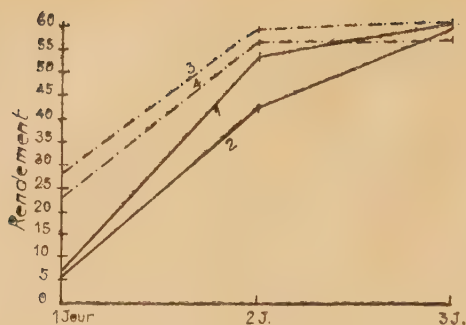
Composition sucre inverti :

Glucose	5,85	5,85	5,85	5,85
Lévilose	94,15	94,15	94,15	94,15
Lévilose				
.....	16,0	16,0	16,0	16,0
Glucose				

TABLEAU 19

*Rendement sucre alcool journalier pour les levures A et B
avec moût inverti et non inverti*

Flacons	Levure A		Levure B	
	Moût inverti	non inverti	Moût inverti	non inverti
	1	2	3	4
24 heures	7,0	5,95	28,0	20,15
48 heures	53,4	42,10	59,0	56,80
72 heures	61,0	60,25	61,0	57,80



COURBE N° 18

Rendement sucre-alcool pour les levures A et B.
dans un moût préalablement inversé et un moût non inversé

5. Conclusions

Des essais précédents, on peut tirer les conclusions ci-après :

a) *Activité.*

Pour les deux levures considérées, le sucre disparu par unité de temps a été plus élevé dans le moût préalablement inversé que dans le moût non inversé. La différence est plus marquée pour la levure A que pour la levure B.

b) *Pouvoir inversif de la levure.*

Pour la levure A, le pouvoir inversif est assez faible et s'accroît parallèlement dans les deux moûts inversés et non inversés pour lesquels la différence de pourcentage de sucre inversé reste constante jusqu'à la fin de la fermentation. La levure B paraît plus active comme élément d'inversion.

c) *Prolifération. Pouvoirs végétatifs et ferments.*

Dans les conditions de l'expérience, la prolifération a été identique pour la même levure, quelle que soit la proportion préalable d'inverti.

Toutes conditions égales, le pouvoir de la levure A est supérieur à celui de la levure B.

d) *Nature du sucre restant après fermentation.*

Pour la levure A, le rapport $\frac{\text{Lévilose}}{\text{Glucose}}$ croît du début à la fin de la fermentation.

Cet accroissement est plus marqué pour le moût inverti que pour le moût non inverti.

La levure utilise d'abord le glucose.

Pour la levure B, même remarque.

Lévulose

Le rapport ———— passe par un maximum, ce qui indique

Glucose

que les levures employées s'attaquent d'abord au glucose et qu'elles n'utilisent le lévulose qu'ensuite.

e) *Rendement sur alcool.*

Dans les conditions des essais et pour un même temps, le rendement sucre/alcool est plus élevé pour l'échantillon contenant un certain pourcentage de sucre inverti.

Cette remarque s'applique aux deux variétés de levures mises en expérience.

L'inversion préalable d'une fraction du saccharose contenu dans le jus de betteraves ayant un effet accélérateur indiscutable sur la marche ultérieure de la fermentation alcoolique, et la levure ayant une préférence marquée pour le glucose, nous avons été amené à rechercher si l'addition de glucose massé du commerce aux jus aurait une action favorisante sur la fermentation.

Les résultats de nos essais ont été assez décevants et le glucose artificiel ne s'est jamais montré, dans les conditions où nous opérons, un accélérateur de la fermentation alcoolique.

6. *Conclusions des essais faits sur moûts glucosés.*

Des essais qui précèdent, il résulte les conclusions ci-après:

a) *Activité.*

L'activité de la levure est plus grande dans le moût sucré que dans le moût glucosé. Le glucose massé ajouté ne paraît pas avoir les mêmes propriétés activantes que le sucre inverti.

b) *Pouvoir inversif de la levure.*

Pour la levure considérée, le pouvoir inversif a été plus élevé dans le flacon sucré que dans le flacon glucosé.

c) *Prolifération. Pouvoirs ferments et végétatifs.*

Dans les conditions de l'expérience et pour la levure A, la prolifération et le pouvoir végétatif qui en est l'expression ont été peu influencés par l'addition du glucose massé. Le nombre de cellules est légèrement plus faible dans le moût glucosé que dans le moût sucré.

Par contre, le pouvoir ferment est plus grand pour le moût

sucré que pour le moût glucosé pendant les 48 premières heures de fermentation.

d) *Nature du sucre restant après fermentation.*

Dans le moût sucré, le rapport $\frac{\text{Lévulose}}{\text{Glucose}}$ croît régulièrement du début à la fin de la fermentation, ce qui indique que la levure s'attaque d'abord au glucose et ne s'adresse au lévulose qu'en dernier lieu. La fermentation est élective. Le sucre restant en fin de fermentation est du lévulose.

Dans le moût glucosé, le rapport $\frac{\text{Lévulose}}{\text{Glucose}}$ reste presque constant pendant les trois premiers jours, le quatrième il décroît, ce qui indique que la levure consomme à peu près à la même cadence les deux sucres provenant de l'hydrolyse du saccharose et que le lévulose est préféré au glucose ajouté.

e) *Rendement sucre-alcool.*

Pour la levure expérimentée dans les conditions des essais, et pour un même temps, le rendement sucre alcool a toujours été plus élevé pour le moût sucré que pour le moût glucosé. Cette différence s'est accrue avec le temps.

f) *Conclusion générale de l'essai.*

De ce qui précède, on peut en déduire que l'addition de glucose massé du commerce au moût de betteraves ne favorise pas la fermentation alcoolique et que l'action activante du sucre inverti, mise en lumière par les essais 1 à 4, n'est pas obtenue par le glucose massé.

E. — CONCLUSIONS GÉNÉRALES

Dans les conditions des essais, et pour les jus de betteraves qui en ont fait l'objet, on peut tirer les conclusions générales ci-après, sur l'influence de l'inversion préalable d'une partie du saccharose du jus sur la marche de la fermentation alcoolique.

a) *Activité.*

Dans tous les cas, la fermentation a été d'autant plus active que la proportion du sucre inverti était plus élevée.

La différence est plus marquée pour les levures pauvres en sucrase (type levure A) que pour les levures riches (type B).

b) *Pouvoir inversif de la levure.*

L'inversion préalable et partielle du moût ne modifie pas le pouvoir inversif de la levure. Ce caractère paraît être spécifique pour la levure considérée ; au cours des essais, il s'est

révélé constant, toutes conditions égales, pour des moûts partiellement invertis et non invertis.

c) *Prolifération. Pouvoirs ferment et végétatif.*

Le développement des cellules a été d'autant plus rapide que le moût contenait une plus large proportion d'inverti. Le phénomène a été plus marqué pour la levure A que pour la levure B.

Dans un moût ne contenant pas d'inverti, la fermentation ne part que le huitième jour, alors qu'elle était partie après 24 heures dans un moût inverti à 40 %.

Les pouvoirs végétatifs qui sont l'expression chiffrée de la prolifération de la levure ont varié dans le même sens.

d) *Nature du sucre restant après fermentation.*

La proportion de lévulose dans les sucres restants est d'autant plus élevée que la fermentation est plus avancée. Cette proportion est plus grande dans le moût préalablement inverti, partiellement, que dans le moût non inverti. Ce qui indique que la levure *s'attaque de préférence au glucose*.

e) *Rendement sucre-alcool.*

Dans les conditions des essais et pour un *même temps*, le rendement sucre-alcool a toujours été plus élevé pour les moûts partiellement invertis que pour les moûts non invertis.

Cet accroissement de rendement a été constaté pour les deux levures expérimentées.

f) *Effets de l'addition de glucose au moût.*

Dans les conditions des essais, l'addition de glucose massé au moût de betteraves, n'a pas favorisé la fermentation alcoolique, et la faveur marquée par la levure pour le glucose provenant de l'inversion ne s'est pas affirmée pour le glucose du commerce (glucose provenant probablement de l'hydrolyse de l'amidon). Ce composé ajouté au moût a conduit à des résultats moins bons que ceux obtenus avec le moût nature.

g) *Conclusions générales appliquées au travail de la distillerie.*

De ce qui précède, on peut en déduire qu'en distillerie on a tout intérêt à conduire l'extraction de façon à produire l'inversion de la plus grande partie possible du saccharose des jus.

La teneur en inverti est particulièrement importante lors des mises en route et le départ sera d'autant plus rapide que la fraction de saccharose hydrolysée sera plus importante.

Cette rapidité de départ variera d'ailleurs avec la variété de levure employée et sa faculté d'invertir le moût plus ou moins rapidement.

En marche normale, les coupages apportent suffisamment

d'inverti pour que la levure se développe et travaille dans les conditions optima.

Remarques. — Le docteur J. Effront était arrivé à des conclusions analogues à celles indiquées ci-dessus. (Voir à ce sujet son livre sur les Enzymes et leurs applications, Carré et Naud, Paris, 1899).

D'après ce savant, une des causes très fréquentes de la faiblesse du rendement serait l'insuffisance de l'inversion.

Dans la pratique industrielle, c'est la sucrase de la levure qui doit produire presque toute l'inversion et non l'acide ajouté.

La marche de la fermentation dépendra pour une très grande part de la façon dont se fait la sécrétion de la diastase par les cellules. Or, l'action de la sucrase peut être influencée par les substances salines contenues dans le moût.

Résultats des Essais

CHAPITRE I

Dosage du sucre dans la betterave

L'analyse de betterave faite en partant du jus de pression ne peut conduire à des résultats exacts.

Les résultats de l'analyse par la méthode du ballon jaugé dépendent :

- a) De la texture de la pulpe ;
- b) Du volume occupé par le marc et le précipité plombique ;
- c) De l'absorption du sucre par l'insoluble.

CHAPITRE II

Dosage de l'alcool

La méthode par distillation et densimétrie donne lieu à des pertes d'alcool par saturation des gaz dissous et de l'air de l'appareillage qui s'échappe sans se condenser. La densité du distillat est modifiée.

L'analyse par oxydation permet d'éviter les pertes et de doser l'alcool total contenu dans le distillat.

Un mode opératoire précis est à observer pour obtenir un résultat fidèle.

CHAPITRE III

Inversion des jus de betteraves par l'acide sulfurique

Dans la diffusion de la betterave en milieu acide, le saccharose est partiellement inverti. L'hydrolyse pratiquement faible dépend du temps de la concentration en sucre, de l'acidité du milieu et de la température.

CHAPITRE IV

Influence de l'inversion partielle du saccharose sur la fermentation ultérieure des jus de betteraves

L'inversion partielle du saccharose contenu dans le jus paraît favoriser à la fois l'allure et le rendement de la fermentation alcoolique.

Conclusions

De ces essais poursuivis pendant plusieurs années, nous pouvons essayer de conclure :

1° Nous pensons que c'est à des erreurs d'analyses que l'on doit attribuer le « *plus sucre* », l'extraction du saccharose de la betterave et de l'alcool des vins dans les appareils industriels étant supérieure à celle réalisée dans le mode opératoire analytique adopté dans certaines usines. La différence de résultats entre les deux processus peut, dans certains cas, masquer les pertes et faire apparaître de l'excédent.

2° L'acide sulfurique ajouté aux jus dans des conditions requises de température et de temps pour qu'il y ait inversion partielle du saccharose favorise la fermentation alcoolique ultérieure.

La pratique qui consiste à ajouter l'acide au cours de la diffusion est recommandable dans tous les cas et s'impose dans le procédé de fermentation par reprises des levures.

Signé : André MEYER.
Le Président de Thèse,

Vu :

Vu et approuvé :
Dijon, le 3 juin 1939.
Le Doyen de la Faculté des Sciences,
Signé : P. BUGNON.

Vu et permis d'imprimer :
Dijon, le 10 juin 1939.
Le Recteur de l'Académie de Dijon.
Signé : J.-E. SPENLÉ.

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté :

L'adsorption des matières colorantes
